

Д. В. Ильин, И. З. Ахметов, В. В. Судаков,
В. П. Ильин, Р. В. Краснова, Р. З. Гильманов

РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ АСПАРАГИНАТА ХРОМА

Ключевые слова: микронутриенты, микроэлементы, хром, аспарагиновая кислота, аспарагинат, технологический процесс, оптимальные условия.

Разработан технологический процесс получения аспарагината хрома. Проведены исследования по установлению оптимальных параметров процесса.

Key words: micronutrients, minerals, chrome, aspartic acid, aspartate, process, optimal conditions.

The technological process of producing chromium aspartate. The study on the establishment of optimum process parameters.

Питание является одним из важнейших факторов, определяющих здоровье населения. Правильное питание обеспечивает нормальный рост и развитие детей, способствует профилактике заболеваний, продлению жизни людей, повышению работоспособности и создает условия для адекватной адаптации их к окружающей среде.

Вместе с тем в последнее десятилетие состояние здоровья населения характеризуется негативными тенденциями. Продолжительность жизни населения в России значительно меньше, чем в большинстве развитых стран и странах СНГ. Увеличение сердечно-сосудистых и онкологических заболеваний в определенной степени связано с питанием. У большинства населения России выявлены нарушения полноценного питания, обусловленные как недостаточным потреблением пищевых веществ, в первую очередь витаминов, макро- и микроэлементов, полноценных белков, так и нерациональным их соотношением [1].

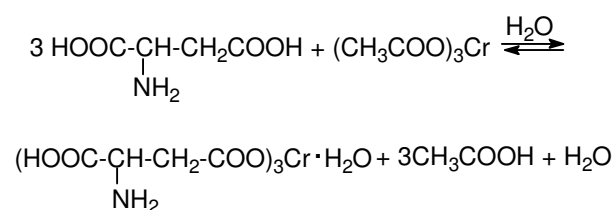
БАД являются источниками незаменимых пищевых веществ, микронутриентов, про- и пребиотических природных компонентов, которые восполняют их дефицит в соответствии с физиологическими потребностями организма, способствуют ассимиляции (усвоению) пищи, обеспечивают нормальное состояние пищеварительной системы, регулируют неспецифическую резистентность организма при высоких физических и психоэмоциональных нагрузках, воздействии неблагоприятных экологических факторов, при беременности и лактации, приеме антибиотиков и других состояниях [2].

Хром усиливает процессы обмена углеводистых соединений, улучшает сердечно - сосудистую и нервную системы человека, применяется при лечении сахарного диабета, повышает иммунитет организма [3].

В настоящее время в фармацевтической и пищевой промышленности при создании монопрепаратов, содержащих макро- и микроэлементы, все большее предпочтение, несмотря на удорожание продукции, отдается соединениям металлов с органическими ингредиентами (органические кислоты, аминокислоты, витамины), поскольку при поступлении металлов в виде подобных соединений по сравнению с неорганическими солями значительно увеличивается их биодоступность, уменьшается

токсичность и, соответственно, количество противопоказаний и побочных эффектов. Кроме того, органические соли металлов и металлолигандные комплексы в большей степени соответствуют физиологическим механизмам усвоения и транспорта макро- и микроэлементов в организме, обладают дополнительными полезными свойствами [4].

Аспарагиновая (аминоянтарная) кислота (АК) является наиболее доступной из выпускаемых промышленностью аминокислот. В исследованиях использовалась DL – аспарагиновая кислота по ТУ 6-09-5406-88 марки "чда" (массовая доля основного вещества не менее 99,5 %) или по ТУ 6-09-1133-78 марки "ч" (массовая доля основного вещества не менее 99,0 %). Из солей хрома наиболее подходящим и доступным оказался хром (III) уксуснокислый (ацетат хрома), который соответствовал требованиям ТУ 6-09-5380-88 марки "ч". Вид реакции получения аспарагината хрома из вышеуказанных компонентов приведен ниже:



$M_{\text{АК}} = 0,133 \text{ кг/моль}$; $M_{(\text{Ац-Т})_3\text{Cr}} = 0,229 \text{ кг/моль}$;
 $M_{\text{Асп-Т Cr}} = 0,466 \text{ кг/моль}$; $M_{\text{ук}} = 0,060 \text{ кг/моль}$;
 $M_{\text{H}_2\text{O}} = 0,018 \text{ кг/моль}$.

Стехиометрическое соотношение компонентов АК:ацетат хрома (III) равно 3:1. Теоретический (максимально возможный) выход аспарагината хрома составляет 0,234 кг, что соответствует ~ 1,2 массовой части целевого продукта на 1 массовую часть исходной АК.

Реакция является экзотермической, протекает с уменьшением объема, поэтому, с точки зрения химического равновесия, понижение температуры и повышение давления будет способствовать протеканию реакции. В то же время, вследствие плохой растворимости АК в воде при нормальных условиях, наоборот, следует увеличивать температуру реакционной смеси, что с одной стороны будет

смещать равновесие реакции в сторону исходных компонентов, а с другой стороны - увеличивать растворимость АК, тем самым увеличивая скорость и полноту протекания реакции. В процессе реакции получения аспарагината хрома образуется побочный продукт – уксусная кислота (УК), концентрация которой влияет на полноту прохождения реакции. В связи с этим представляется целесообразным использовать модуль вода : АК не менее 10.

Исследования по установлению оптимальных параметров процесса получения аспарагината хрома проводили на лабораторной установке (рис.1), состоящей из реактора объёмом 3 л из нержавеющей металла с мешалкой. Обогрев обеспечивался водяной баней. Для установления оптимальных условий процесса эксперименты проводили в интервале температур $55 \div 95$ °С с различным временем выдержки реакционной смеси в интервале $6,0 \div 7,5$ ч. Подбор оптимальной температуры реакции и времени выдержки реакционной смеси проводили, используя навески ацетата хрома массой 0,114, 0,120 и 0,130 кг при фиксированном количестве АК 0,200 кг.

Порядок проведения реакции. В реактор заливали 2,0 л дистиллированной воды. В неё же дозировали расчётное количество АК (0,200 кг). Содержимое реактора нагревалось на водяной бане до заданной температуры ($55 \div 95$ °С) и выдерживалось при перемешивании $25 \div 30$ мин. В течение этого времени происходило растворение АК. После выдержки в суспензию дозировалось небольшими порциями расчётное количество ацетата хрома. После окончания дозирования при той же температуре и перемешивании задавалась выдержка реакционной массы ($6,0 \div 7,5$ ч). Процесс контролировался по окраске маточного раствора, которая изменялась с насыщенно зелёного до фиолетового, что говорило о полноте протекания реакции. После окончания реакции маточный раствор охлаждался до комнатной температуры. Выделение аспарагината хрома из маточного раствора проводилось путём прокапывания последнего в этиловый спирт в течение 1 ч при постоянном перемешивании. После этого маточный раствор выдерживался в течение 2 ч, так же при постоянном перемешивании.

Далее суспензия фильтровалась на вакуум-воронке, заправленной бумажным фильтром средней пористости. Твёрдая фаза промывалась этанолом, выгружалась из воронки и подсушивалась в тонком слое ($1 \div 2$ см) в вытяжном шкафу при комнатной температуре в течение 24 ч при периодическом перемешивании.

Затем подсушенный продукт помещался на металлические поддоны (толщина слоя не более 2-х см) и сушился в сушильном шкафу при температуре $90 \div 95$ °С в течение 6 ч при периодическом перемешивании.

Результаты экспериментов, усреднённые из 5 параллельных опытов, представлены на рис. 2 ÷ 4.

Анализируя вышеприведённые зависимости, можно сказать, что оптимальными условиями для протекания процесса являются температура $T = 95$ °С и время выдержки $\tau = 7,0$ ч, так как при

этих значениях параметров во всех случаях наблюдался максимальный выход целевого продукта (аспарагината хрома). Следует также отметить, что с целью уточнения результатов для полученных оптимальных массово-температурных параметров (навеска ацетата хрома 0,130 кг, $T = 95$ °С) проводилось дальнейшее увеличение времени выдержки реакционной массы до 9 ч. При этом полученные результаты свидетельствуют о неизменности значения выхода аспарагината хрома (83 % по массе), что подтверждает вывод о полноте протекания реакции. Дальнейшее увеличение навески ацетата хрома (с 0,130 кг до 0,170 кг) привело к незначительному увеличению выхода аспарагината хрома до уровня 84 %, начиная с навески 0,150 кг.

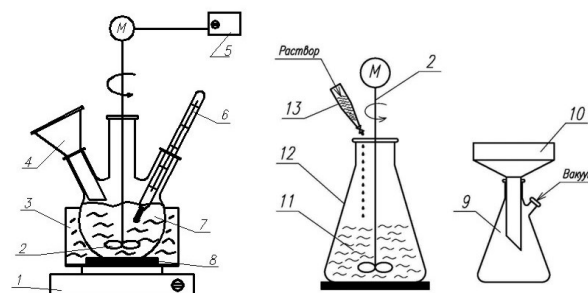


Рис. 1 - Схема лабораторной установки (реактор 3 л): 1 – электроплитка; 2 – мешалка; 3 – водяная баня; 4 – воронка; 5 – ЛАТР; 6 – термометр; 7 – трехгорлая колба; 8 – прокладка; 9 – колба Бунзена; 10 – вакуум-воронка Бюхнера; 11 – этиловый спирт; 12 – плоскодонная колба; 13 – капельница с раствором аспарагината хрома

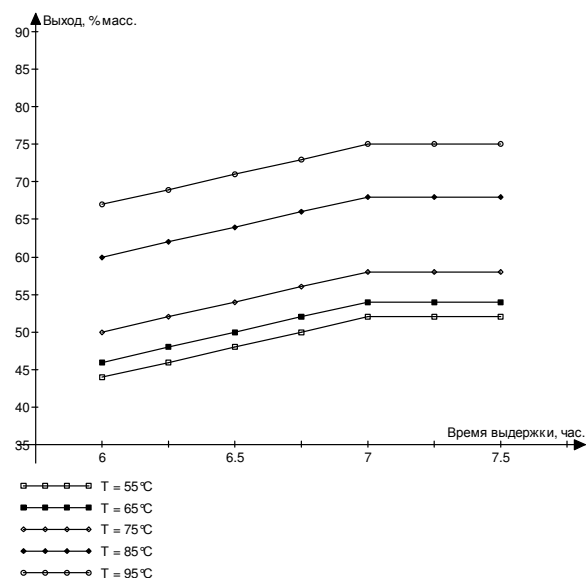


Рис. 2 - Зависимость выхода аспарагината хрома от температуры и времени выдержки при навеске ацетата хрома 0,114 кг

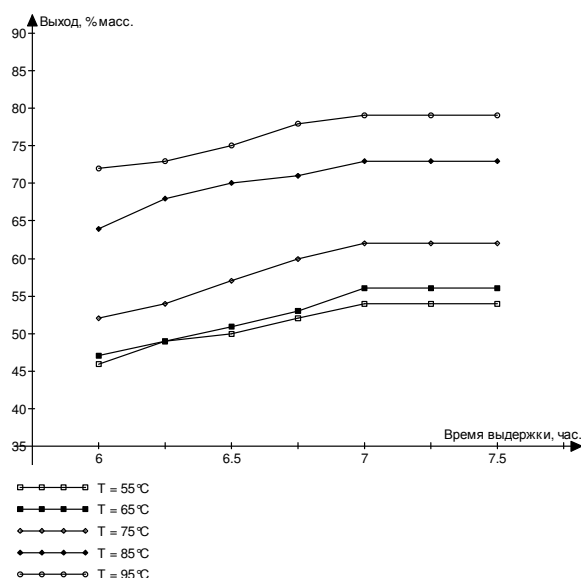


Рис. 3 - Зависимость выхода аспарагината хрома от температуры и времени выдержки при навеске ацетата хрома 0,120 кг

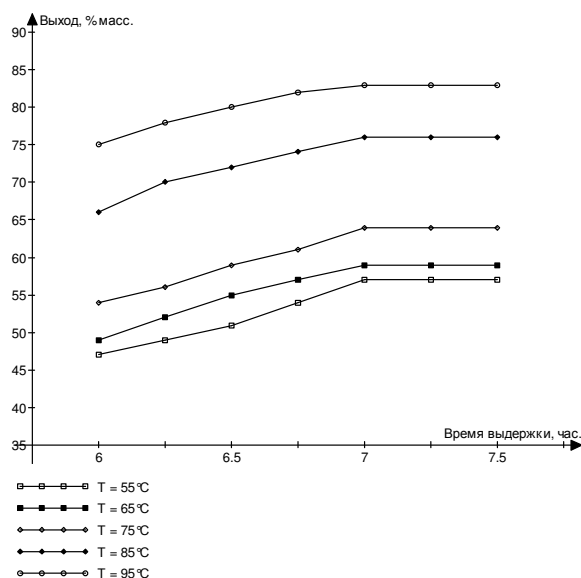


Рис. 4 - Зависимость выхода аспарагината хрома от температуры и времени выдержки при навеске ацетата хрома 0,130 кг

Для характеристики оптимальности подбора навесок исходных компонентов предлагается оперировать значением коэффициента K , который определяется как соотношение масс, взятых для реакции ацетата хрома и АК. Исходя из сказанного оптимальное значение данного коэффициента $K_{\text{опт.}} = 0,75$ (0,150 / 0,200).

Результаты и их обсуждение

Таким образом, анализируя все вышеизложенное, можно сказать, что оптимальными условиями для проведения процесса получения аспарагината хрома с использованием ацетата хрома (III) являются:

- температура реакции $T = 95^{\circ}\text{C}$;
- время выдержки реакционной массы $\tau = 7,0$ часов;
- массовое соотношения компонентов ацетат хрома (III) / АК равно 0,75.

При соблюдении данных условий проведения процесса достигается максимальный выход аспарагината хрома 83 % по массе от теоретически возможного.

Литература

- 1 Скальный А.В. Роль макро- и микроэлементов в поддержании и укреплении здоровья : цикл совместных семинаров «Актуальные вопросы медицины». М.: ЦБММ, 2011. Вып. №2.
- 2 Авицын А.П., Жаворонков А.А., Риш М.А., Строчкова Л.С. Микроэлементозы человека. М.: Медицина, 1991. 496с.
- 3 Азизов М.А. О комплексных соединениях некоторых микроэлементов с биоактивными веществами. Ташкент: Медицина, 1969. 199с.
- 4 Оберлис Д., Харланд Б., Скальный А.В. Биологическая роль макро- и микроэлементов у человека и животных. СПб.: Наука, 2008. 544с.

© Д. В. Ильин – нач. лаб. физико-химических исследований ОАО «ГосНИИ «Кристалл», kristall@niikristall.ru; И. З. Ахметов – канд. техн. наук, нач. отдела физико-химических исследований ОАО «ГосНИИ «Кристалл»; В. В. Судаков – канд. техн. наук, советник ген. дир. ОАО «ГосНИИ «Кристалл»; В. П. Ильин – д-р техн. наук, ген. дир. ОАО «ГосНИИ «Кристалл»; Р. В. Краснова – инж. 1 кат. лаб. физико-химических исследований ОАО «ГосНИИ «Кристалл»; Р. З. Гильманов – д-р хим. наук, проф., зав. каф. ХТОСА КНИТУ.