

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(21) **202392894** (13) **A1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ**

(43) Дата публикации заявки
2023.12.11

(22) Дата подачи заявки
2022.04.13

(51) Int. Cl. *A23L 27/30* (2016.01)
C07H 1/06 (2006.01)
C07H 3/04 (2006.01)
C07H 15/04 (2006.01)
A23L 29/30 (2016.01)

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ИЗОМАЛЬТОВЫХ КОМПОЗИЦИЙ, ОБОГАЩЕННЫХ 1,1-GPM- И/ИЛИ 1,6-GPS**

(31) **21168625.8**

(32) **2021.04.15**

(33) **EP**

(86) **PCT/EP2022/059965**

(87) **WO 2022/219094 2022.10.20**

(71) Заявитель:
ЗЮДЦУКЕР АГ (DE)

(72) Изобретатель:

**Бёттгер Кристоф, Картариус Ральф,
Дегельман Ханспетер, Янссен
Хольгер, Кунц Маркварт, Зюннер
Юлия, Валлот Рольф (DE)**

(74) Представитель:
Медведев В.Н. (RU)

(57) Изобретение относится к способу получения обогащенных 1-О- α -D-глюкопиранозил-D-маннитом (далее называемого 1,1-GPM) и/или 6-О- α -D-глюкопиранозил-D-сорбитом (далее - 1,6-GPS) изомальтовых композиций из содержащих изомальт растворов, т.е. растворов, которые содержат гидрированную изомальтулозу, к обогащенным 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовым композициям, полученным способом по изобретению из изомальтсодержащих растворов, а также к применению этих обогащенных 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовых композиций.

A1

202392894

202392894

A1

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

2420-579287EA/025

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ИЗОМАЛЬТОВЫХ КОМПОЗИЦИЙ, ОБОГАЩЕННЫХ 1,1-GPM- И/ИЛИ 1,6-GPS

Настоящее изобретение относится к способу получения обогащенных 1-O- α -D-глюкопиранозил-D-маннитом (далее называемого 1,1-GPM) и/или 6-O- α -D-глюкопиранозил-D-сорбитом (далее называемого 1,6-GPS) изомальтовых композиций из содержащих изомальт растворов, то есть растворов, которые содержат гидрированную изомальтулозу, к обогащенным 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовым композициям, полученным способом по изобретению из изомальтсодержащих растворов, а также к применению этих обогащенных 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовых композиций.

Изомальт (гидрированная изомальтулоза или гидрированная палатиноза) является сахарозаменителем, который в качестве основных компонентов содержит 1,1-GPM и 1,6-GPS и который выгоден благодаря своей акариогенности, низкой калорийности и безвредности для диабетиков. Обогащенные 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовые композиции из изомальтсодержащего раствора лучше подходят для множества приложений, чем продукты, имеющие почти эквимолярное отношение 1,1-GPM к 1,6-GPS.

Документ DE 2520173 A1 относится к способу получения 1,6-GPS и 1,1-GPM из изомальтулозы и к их применению в качестве сахарозаменителя.

В EP 0625578 A1 описывается получение изомальта и его применение в качестве подсластителя во вкусовых продуктах и продуктах питания.

Документы EP 0859006 B2 и WO 1997/008958 A1 относятся к способу получения смесей, обогащенных 1,6-GPS и 1,1-GPM, к 1,6-GPS и 1,1-GPM в чистой форме, а также к их применению.

Такие изомальтовые композиции используются во многих продуктах, например, в области продуктов вкусовой промышленности и продуктов питания. Потенциально очень широкий спектр применения таких композиций требует, в зависимости от конечного продукта, композиций, которые имеют разные содержания 1,1-GPM и 1,6-GPS, в частности, также таких, которые обогащены 1,1-GPM или 1,6-GPS.

Однако способ кристаллизации для получения таких обогащенных 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовых композиций из изомальтсодержащего раствора, а также для получения 1,6-GPS и 1,1-GPM в чистой форме, который допускал бы простое, надежное и эффективное, в частности, недорогое и/или энергоэкономичное получение, в настоящее время неизвестен. Соответственно, существует потребность в способах, которые позволят получать из изомальтсодержащих растворов изомальтовые композиции, обогащенные 1,1-GPM и/или 1,6-GPS по сравнению с изомальтсодержащим раствором как исходном раствором.

Таким образом, в основе изобретения стоит техническая задача разработать способ кристаллизации для получения обогащенных 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовых

композиций из изомальтсодержащего раствора, который был бы простым и надежным в осуществлении и приводил бы к более высокому и лучше воспроизводимому выходу обогащенных 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовых композиций из изомальтсодержащего раствора.

В настоящем изобретении эта техническая задача решена путем разработки способа получения обогащенных 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовых композиций из изомальтсодержащего раствора, характеризующегося тем, что

а) подготавливают изомальтсодержащий раствор, причем изомальтсодержащий раствор содержит 65-90 вес.%, в частности, 70-85 вес.% изомальта (в расчете на полный вес изомальтсодержащего раствора);

б) подготовленный на этапе а) изомальтсодержащий раствор подвергают в реакторе мгновенному испарению для образования центров кристаллизации с получением первой изомальтсодержащей суспензии, содержащей первую кристаллическую фазу и первую жидкую фазу;

с) полученную на этапе б) первую изомальтсодержащую суспензию подвергают процессу кристаллизации, в результате чего получают вторую изомальтсодержащую суспензию, содержащую вторую кристаллическую фазу и вторую жидкую фазу, причем вторая кристаллическая фаза обогащена 1,1-GPM, а вторая жидкая фаза обогащена 1,6-GPS;

д) обогащенную 1,1-GPM вторую кристаллическую фазу второй изомальтсодержащей суспензии с этапа с) отделяют от обогащенной 1,6-GPS второй жидкой фазы; и

е) получают изомальтовые композиции, обогащенные 1,1-GPM и/или 1,6-GPS.

Итак, изобретение базируется на изомальтсодержащем растворе в качестве исходного раствора, который подготавливается на этапе а) и подвергается обработке, ведущей, в частности, с использованием этапов б), с), д) и е), к получению двух разных фаз, а именно, второй кристаллической и второй жидкой фаз, причем вторая кристаллическая фаза имеет более высокое содержание 1,1-GPM, чем изомальтсодержащий раствор, использующийся на этапе а), а вторая жидкая фаза имеет более высокое содержание 1,6-GPS, чем изомальтсодержащий раствор, использующийся на этапе а). Таким образом, настоящее изобретение позволяет разделить изомальтсодержащий раствор на две фазы с фазоспецифическим обогащением второй кристаллической фазы компонентом 1,1-GPM, присутствующем в изомальтсодержащем растворе, использующемся как исходный раствор, и обогащением компонентом 1,6-GPS второй жидкой фазы; таким образом, изобретение обеспечивает получение обогащенных 1,1-GPM и 1,6-GPS фаз и композиций, которые имеют соответственно более высокое содержание 1,1-GPM или 1,6-GPS по сравнению с содержанием 1,1-GPM и 1,6-GPS в исходном растворе и которые особенно хорошо подходят для определенных приложений.

Таким образом, согласно изобретению после осуществления этапов б) и с) получают две фазы, а именно вторую кристаллическую фазу и вторую жидкую фазу,

причем во второй кристаллической фазе, обогащенной 1,1-GPM, содержание 1,1-GPM выше, чем содержание 1,1-GPM в изомальтсодержащем растворе, использовавшемся на этапе а), а содержание 1,6-GPS ниже, а во второй жидкой фазе, обогащенной 1,6-GPS, содержание 1,1-GPM ниже, чем содержание 1,1-GPM в изомальтсодержащем растворе, использовавшемся на этапе а), а содержание 1,6-GPS выше. В результате осуществления этапов d) и e) получают обогащенные 1,1-GPM и 1,6-GPS изомальтсодержащие композиции, то есть одну композицию, которая характеризуется более высоким содержанием 1,1-GPM, чем в изомальтсодержащем растворе, подготовленном на этапе а), а также другую композицию, которая характеризуется более высоким содержанием 1,6-GPS, чем в изомальтсодержащем растворе, подготовленном на этапе а).

Соответственно, изобретение предлагает способ получения обогащенных 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовых композиций из изомальтсодержащего раствора, при этом на этапе а) готовят изомальтсодержащий раствор, то есть раствор, содержащий смесь, включающую изомальт, на этапе б) мгновенное испарение в реакторе, в частности, нуклеаторе, индуцирует образование центров кристаллизации, в ходе этого этапа образуются центры кристаллизации, и на этих центрах кристаллизации начинается кристаллизация с получением первой изомальтсодержащей суспензии, а на этапе с) в результате последующей кристаллизации в реакторе, в частности, том же или другом реакторе, в частности, кристаллизаторе, получается вторая изомальтсодержащая суспензия, содержащая вторую кристаллическую фазу и вторую жидкую фазу, причем вторая кристаллическая фаза обогащена 1,1-GPM, а вторая жидкая фаза обогащена 1,6-GPS, и затем на этапе d) обогащенную 1,1-GPM фазу отделяют от фазы, обогащенной 1,6-GPS, чтобы затем на этапе e) получить изомальтовую композицию, обогащенную 1,1-GPM и/или 1,6-GPS.

Способ согласно изобретению выгодным и особенно предпочтительным путем обеспечивает простое и эффективное, в частности, экономичное, управление процессом. В частности, процесс, предпочтительно осуществляемый в непрерывном режиме, позволяет отказаться от применяющегося в обычных реакторах для образования центров кристаллизации, в частности, суспензионных реакторах, от интервального непрерывного добавления высокочистых зародышей кристаллов, что требует много времени и затрат.

Выгодным и особенно предпочтительным является то, что способ согласно изобретению приводит к особенно однородному зарождению кристаллов, поскольку локальные стадии, инициирующие кристаллизацию, в частности затравка, не применяются, так как кристаллические центры непрерывно образуются сами по себе *in operando*, т.е. в процессе осуществления способа согласно изобретению, т.е. во время непрерывной работы реактора. Способ согласно изобретению позволяет с успехом избежать общих технических проблем, поскольку независимое зарождение кристаллов происходит во всем используемом изомальтсодержащем растворе, в то время как в обычных реакторах для образования центров кристаллизации, в частности, суспензионных реакторах, гомогенизация используемой суспензии, состоящей из затравочных

кристаллов, кристаллизованного твердого вещества и растворителя, часто является проблематичной, поскольку добавление кристаллических центров требует быстрого перемешивания, чтобы избежать локальных градиентов концентрации и, тем самым, обеспечить однородный рост кристаллов, что часто приводит к разрушению уже сформированных кристаллов. Настоящее изобретение исходит из того, что 1,1-GPM и 1,6-GPS имеют разную растворимость в растворе, в частности, водном растворе, то есть эти два компонента имеют разные равновесия растворимости и, следовательно, эти два компонента во время мгновенного испарения и последующей кристаллизации будут в разной степени накапливаться или истощаться в кристаллической и жидкой фазах соответственно. Равновесие растворимости зависит от температуры, поэтому степень обогащения двумя компонентами можно с успехом целенаправленно регулировать путем управления сдвигом и/или параметрами процесса, в частности, давлением и/или температурой, и/или концентрацией компонентов 1,1-GPM и/или 1,1-GPS в жидкой фазе.

Мгновенное испарение предпочтительно проводится при давлении ниже атмосферного давления, причем снижение абсолютного давления приводит к перегреву жидкости. Не связывая себя теорией, можно полагать, что при установке пониженного абсолютного давления падение давления распространяется с определенной волной в реакторе, применяющемся для образования центров кристаллизации, в частности, нуклеаторе, при этом распространение волн происходит быстрее, чем адаптация температуры, замедленная из-за тепло- и массопереноса на межфазных границах. Таким образом, возникает термодинамический дисбаланс, и индуцированный снижением давления перегрев уменьшается из-за передачи энергии, в частности, ядрам кипения и/или имеющимся пузырькам пара.

Таким образом, снижение абсолютного давления приводит к испарению определенной части используемого растворителя, в частности, воды, в результате чего у используемого изомальтсодержащего раствора отбирается энергия, то есть система некоторым образом охлаждается. Температурная зависимость равновесия растворимости 1,1-GPM и 1,6-GPS позволяет при заданных параметрах и условиях процесса определенное образование центров кристаллизации и определенное индуцирование кристаллизации на образованных центрах, при этом образующиеся в центры кристаллизации и кристаллы обогащаются 1,1-GPM, а оставшаяся жидкость обогащается 1,6-GPS. Таким образом, для достижения обогащения соответствующими соединениями кристаллической и жидкой формы используется различие произведений растворимости 1,1-GPM и/или 1,6-GPS путем селективного снижения давления и контролю температуры. Соответственно, мгновенное испарение, проводимое на этапе b), приводит к образованию первой изомальтсодержащей суспензии, содержащей первую кристаллическую и первую жидкую фазу, причем первая кристаллическая фаза обогащена 1,1-GPM, а первая жидкая фаза обогащена 1,6-GPS.

Мгновенное испарение предпочтительно проводят до тех пор, пока не будет достигнуто достаточное обогащение 1,1-GPM и/или 1,6-GPS полученных первой

кристаллической и первой жидкой фаз, в частности, в первой кристаллической фазе находятся зародыши кристаллов и выросшие на них и образованные из них кристаллы, содержащие, в частности, состоящие из 1,1-GPM, что обеспечивает эффективный процесс кристаллизации и гомогенный рост кристаллов.

Настоящее изобретение решает стоящие в его основе технические задачи также тем, что предоставляет промежуточные продукты, полученные в рамках осуществления способа, а также полученные композиции, обогащенные 1,1-GPM и 1,6-GPS. Таким образом, настоящее изобретение предлагает также первую и вторую кристаллическую и жидкую фазы, а также обогащенные 1,1-GPM и 1,6-GPS композиции.

Кристаллы, содержащиеся согласно изобретению во второй кристаллической фазе и в обогащенной 1,1-GPM изомальтовой композиции характеризуются выгодной морфологией, в частности, выгодным отношением длины кристаллов к ширине, в частности, имеют малое отношение длины к ширине по сравнению с обычными кристаллизованными продуктами.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения в обогащенной 1,1-GPM изомальтовой композиции согласно изобретению, как и в полученной на этапе с) второй кристаллической фазе у содержащихся в ней кристаллов отношение длины к ширине составляет от 7,0 до 10,5, в частности, от 7,5 до 10,0, в частности, от 7,5 до 9,0, в частности, от 7,5 до 8,5, в частности, 8,0 (в каждом случае среднее значение).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения в обогащенной 1,1-GPM изомальтовой композиции согласно изобретению, как и в полученной на этапе с) второй кристаллической фазе у содержащихся в ней кристаллов отношение длины к ширине составляет от 6,5 до 10,0, в частности, от 7,0 до 9,5, в частности, от 7,5 до 9,0, в частности, от 7,5 до 8,5, в частности, 7,8 (каждый раз медианное значение).

Полученные согласно изобретению изомальтовые композиции, обогащенные 1,1-GPM, благодаря особому отношению длины к ширине содержащихся в них кристаллов можно с успехом отделить от жидких компонентов. Отношение длины к ширине, соответствующее изобретению, уменьшает излом кристаллов и приводит к более однородному распределению частиц по размерам. Это выгодно, поскольку известно, что излом кристаллов может привести к более широкому неоднородному распределению частиц по размерам, возможно даже бимодальному распределению, а также к засорению объема пустот в кристаллическом агломерате, что ухудшает возможность разделения кристаллов, в том числе дренаж кристаллического агломерата, и, следовательно, снижает выход продукта. Возможное согласно изобретению уменьшение разрушения кристаллов выгодно также тем, что в полученных продуктах после сушки не образуется или образуется лишь незначительное количество пыли. Сравнительно небольшое и, следовательно, более близкое к сферическому случаю отношение длины к ширине приводит также, в соответствии с изобретением, к улучшению, в частности, к ускорению процесса седиментации в центрифугах, предназначенных для разделения кристаллов, а также к лучшему просеиванию с улучшенной четкостью разделения для предпочтительно

получаемых высушенных продуктов. Соотношение длины и ширины согласно изобретению также уменьшает образование пробок, т.е. образование кристаллических тел, характеризующихся большим отношением длины к ширине, которые из-за своей тонкой структуры забивают разделительные сита и, тем самым, также снижают эффективность производства.

Предпочтительно, способ согласно изобретению, в частности этап b), приводит к особенно простому и эффективному образованию центров кристаллизации и/или к обогащению 1,1-GPM первой кристаллической фазы и обогащению 1,6-GPS первой жидкой фазы.

Настоящее изобретение предусматривает, что мгновенное испарение на этапе b) реализуется в реакторе, в частности, нуклеаторе. Настоящее изобретение предусматривает, что процесс кристаллизации на этапе c) протекает в реакторе, в частности, кристаллизаторе.

В особенно предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения предусматривается, что мгновенное испарение на этапе b) проводится в реакторе, в частности, нуклеаторе, а процесс кристаллизации на этапе c) проводится в реакторе, в частности, что процесс кристаллизации на этапе c) проводится в том же реакторе, что и мгновенное испарение на этапе b), в частности, в том же нуклеаторе.

В особенно предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения предусматривается, что реактор, используемый на этапе b), представляет собой, в частности, нуклеатор, в котором факультативно можно провести этап c), при этом нуклеатор одновременно является кристаллизатором.

В особенно предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения предусматривается, что мгновенное испарение на этапе b) проводится в реакторе, в частности, нуклеаторе, а процесс кристаллизации на этапе c) проводится в реакторе, в частности, что процесс кристаллизации на этапе c) проводится в другом реакторе, чем реактор для мгновенного испарения на этапе b), в частности, в кристаллизаторе.

Соответственно, в особенно предпочтительном варианте осуществления настоящим изобретением предусматривается, что этап b) и этап c) протекают в одном и том же реакторе, в частности, нуклеаторе.

Настоящим изобретением, также в особенно предпочтительном варианте осуществления, предусматривается, что этап b) и этап c) протекают в разных реакторах, а именно, этап b), в частности, в нуклеаторе, а этап c), в частности, в кристаллизаторе.

В предпочтительном варианте осуществления настоящим изобретением предусматривается, что мгновенное испарение на стадии b) процесса происходит в реакторе, в частности нуклеаторе, причем реактор, в частности нуклеатор, содержит по меньшей мере одну мешалку.

В предпочтительном варианте осуществления на этапе b) во время мгновенного испарения осуществляют механическое перемешивание, то есть, предпочтительно перемещение, в частности, размешивание изомальтсодержащего раствора,

подготовленного на этапе а).

В особенно предпочтительном варианте осуществления механическое перемешивание на этапе б) выполняют посредством по меньшей мере одной мешалки, имеющейся в реакторе, в частности, нуклеаторе.

Выгодным и особенно предпочтительным является то, что мешалка, предпочтительно имеющаяся в реакторе, обеспечивает механическое перемешивание, в частности, особенно гомогенное размешивание всего содержащегося в реакторе изомальтсодержащего раствора, используемого согласно изобретению на этапе б) для мгновенного испарения. Это обеспечиваемое мешалкой, предпочтительно однородное размешивание достигается за счет сдвиговых усилий, действующих на подготовленный на этапе а) и используемый на этапе б) изомальтсодержащий раствор. Управление сдвигом на этапе б) в сочетании с управлением параметрами процесса, в частности, давлением, и/или температурой, и/или концентрацией компонента 1,1-GPM и/или 1,6-GPS, в частности, снижение температуры и повышение содержания сухих веществ, способствует индуцированию быстрого и однородного образования центров кристаллизации, в частности, на предпочтительно имеющихся законцовках лопаток ротора мешалки, чтобы быстро и равномерно распределить образовавшиеся зародыши кристаллов по всему содержимому реактора, что обеспечивает равномерный рост зародышей кристаллизации и контролируемое ослабление пересыщения во всем изомальтсодержащем растворе.

Неожиданно оказалось, что предпочтительно предусмотренное управление сдвигом и/или параметрами процесса, в частности, давлением и/или температурой, приводит к гомогенному образованию центров кристаллизации, что является выгодным согласно изобретению, при этом сдвиг, вызываемый предпочтительно предусмотренной мешалкой, с успехом позволяет избежать неконтролируемого зарождения кристаллов, которое происходит только при высоком и локальном перенасыщении и которое из-за отсутствия перемешивания распространяется медленно и неоднородно, что невыгодно, от точки возникновения до остальной части изомальтсодержащего раствора.

Сдвиг, вызываемый предпочтительно используемой мешалкой нуклеатора, используемого на этапе б), можно регулировать путем выбора различных параметров перемешивания мешалки, в частности, выбранных из таких параметров перемешивания, как скорость вращения мешалки, в частности, скорость вращения законцовки лопатки, геометрия мешалки, в частности, образующаяся при этом степень кавитации на законцовке лопатки ротора, а также количество, и/или форма, и/или угол отдельных лопаток мешалки, в частности, лопаток ротора. Это позволяет управлять образованием зародышей кристаллов, в частности, их количеством, причем мешалка представляет собой, в частности, систему "ротор-статор".

Неожиданно оказалось, что управляя сдвигом и/или параметрами процесса на этапе б), на этапе с) можно целенаправленно влиять на размер и гранулометрический состав образующихся кристаллов, в частности, кристаллов 1,1-GPM. Таким образом, согласно изобретению, на этапе с) можно подвергнуть полученную на этапе б) первую

изомальтсодержащую суспензию, состоящую из первой кристаллической фазы и первой жидкой фазы, процессу кристаллизации, в результате чего будет получена вторая изомальтсодержащая суспензия, состоящая из второй кристаллической фазы и второй жидкой фазы, в частности, вторая изомальтсодержащая суспензия, состоящая из однородной второй кристаллической фазы и второй жидкой фазы, причем управление сдвигом и/или параметрами процесса позволяет целенаправленно контролировать количество и распределение по размерам кристаллов 1,1-GPM, содержащихся во второй кристаллической фазе второй изомальтсодержащей суспензии.

В предпочтительном варианте осуществления указанная, по меньшей мере одна, мешалка представляет собой систему "ротор-статор".

В настоящем изобретении особенно предпочтительно предусматривается, что система "ротор-статор" содержит ротор и статор, в частности, состоит из одного ротора и одного статора.

В настоящем изобретении особенно предпочтительно предусматривается, что ротор системы "ротор-статор" предпочтительно представляет собой пропеллерную мешалку, в частности, пропеллерную мешалку с по меньшей мере двумя лопатками ротора.

В настоящем изобретении особенно предпочтительно предусматривается, что статор системы "ротор-статор" предпочтительно представляет собой центральную трубу.

В настоящем изобретении особенно предпочтительно предусматривается, что ротор, в частности, пропеллерная мешалка находится в статоре, в частности, в центральной трубе, в частности, расположен так, чтобы обеспечивалось свободное вращение ротора.

В настоящем изобретении особенно предпочтительно предусматривается, что ротор находится в статоре, в частности, расположен так, чтобы в результате механического перемешивания, предпочтительно предусмотренного на этапе б), изомальтсодержащий раствор, подготовленный согласно изобретению на этапе а), мог постоянно подаваться к одной стороне лопаток ротора и отводиться с противоположной стороны лопаток ротора, чтобы обеспечить полное перемешивание содержимого реактора.

В настоящем изобретении особенно предпочтительно предусматривается, что лопатки ротора пропеллерной мешалки имеют особую форму, в частности, форму прямоугольника, трапеции, двойной трапеции или прямоугольной трапеции.

В настоящем изобретении особенно предпочтительно предусматривается, что ротор системы "ротор-статор" представляет собой пропеллерную мешалку, содержащую по меньшей мере 2 лопатки ротора, в частности, 3, в частности, 4, в частности, 5, предпочтительно 3 лопатки.

В настоящем изобретении особенно предпочтительно предусматривается, что лопатки ротора пропеллерной мешалки, начинаясь от центральной точки крепления, расположены под углом $36-180^\circ$, в частности, $45-120^\circ$, в частности, $72-90^\circ$, предпочтительно под углом 72° к соседней лопатке (рассчитывается от центра одной

законцовки лопатки ротора до следующей).

В настоящем изобретении особенно предпочтительно предусматривается, что ротор системы "ротор-статор" представляет собой пропеллерную мешалку, содержащую по меньшей мере 2 лопатки ротора, в частности, 3, в частности, 4, в частности, 5, предпочтительно 3 лопатки, которые, исходя от центральной точки крепления, расположены под углом $36-180^\circ$, в частности, $45-120^\circ$, в частности, $72-90^\circ$, предпочтительно 72° (рассчитывается от центра одной законцовки лопатки ротора до соседней) относительно соседней лопатки.

В настоящем изобретении особенно предпочтительно предусматривается, что лопатки ротора пропеллерной мешалки наклонены к их продольной оси под углом 0° , в частности 1° , в частности 5° , в частности 10° , в частности 20° , в частности 30° , в частности 40° , в частности 45° (считая от лопаток ротора, лежащих в одной плоскости).

В настоящем изобретении особенно предпочтительно предусматривается, что ротор системы "ротор-статор" представляет собой пропеллерную мешалку, содержащую по меньшей мере 2 лопатки ротора, в частности, 3, в частности, 4, в частности, 5, предпочтительно 3 лопатки, каждая из которых наклонена под углом от 36° до 180° , в частности, от 45° до 120° , в частности, от 72 до 90° , предпочтительно 72° (отсчитывается от середины одной законцовки лопатки до следующей) к соседней лопатке ротора и наклонена к продольной оси лопатки ротора на угол 0° , в частности 1° , в частности 5° , в частности 10° , в частности 20° , в частности 30° , в частности 40° , в частности 45° (считая от лопаток ротора, лежащих в одной плоскости).

В настоящем изобретении особенно предпочтительно предусматривается, что ротор системы "ротор-статор" представляет собой пропеллерную мешалку, содержащую по меньшей мере 2 лопатки ротора, в частности, 3, в частности, 4, в частности, 5 лопаток ротора, предпочтительно 3 лопатки, которые наклонены под углом от 36° до 180° , в частности, от 45° до 120° , в частности, от 72° до 90° , предпочтительно 72° (рассчитывается от середины одной законцовки лопатки ротора до следующей) к соседней лопатке ротора, которые наклонены к продольной оси лопатки ротора под углом 0° , в частности 1° , в частности 5° , в частности 10° , в частности 20° , в частности 30° , в частности 40° , в частности 45° (считая от лежащих в одной плоскости лопаток ротора) и которые имеют особую форму, в частности, форму прямоугольника, трапеции, двойной трапеции или прямоугольной трапеции.

Способ согласно изобретению в предпочтительном варианте осуществления приводит к тому, что в нуклеаторе образуются зародыши кристаллов дигидрата 1,1-GPM, в частности, образуются селективно, то есть при по меньшей мере частичном, в частности, полном исключении 1,6-GPS.

В особенно предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения предлагаемый изобретением способ позволяет получить первую изомальтсодержащую суспензию на этапе b), в которой находятся преимущественно (в частности исключительно только они) зародыши кристаллов, состоящие из 1,1-GPM, в частности,

дигидрата 1,1-GPM. Таким образом, способ согласно изобретению в предпочтительном варианте осуществления, в частности на этапе b), приводит к особенно гомогенной первой изомальтсодержащей суспензии, которая в предпочтительном варианте характеризуется тем, что все содержащиеся в ней зародыши кристаллов состоят из 1,1-GPM, в частности, дигидрата 1,1-GPM. Такая изомальтсодержащая суспензия, содержащая преимущественно зародыши кристаллов 1,1-GPM, в частности, первая кристаллическая фаза, содержащая только зародыши кристаллов 1,1-GPM, особенно хорошо подходит для кристаллизации, следующей на этапе c).

Выгодным и особенно предпочтительным является то, что способ согласно изобретению приводит к повышенной эксплуатационной надежности, так как при мгновенном испарении, в частности, благодаря целенаправленному регулированию сдвига и/или параметров процесса, в отличие от обычных реакторов-нуклеаторов, в частности, суспензионных реакторов, не используется диспергирующая среда, в частности, спирты, в частности, изопропанол, что приводит не только к повышению безопасности труда за счет снижения риска взрыва, но и к снижению эксплуатационных расходов. Кроме того, преимуществом является отсутствие необходимости в подаче и дозировании суспензии на предыдущем рабочем этапе.

Преимуществом способа согласно изобретению является то, что он позволяет, в частности и в предпочтительном варианте осуществления, за счет регулирования сдвига и/или параметров процесса, в частности, пересыщения, температуры и давления, создавать однородные зародыши кристаллов, содержащие 1,1-GPM, в частности, состоящие из него, при этом первая жидкая фаза первой изомальтсодержащей суспензии в дополнение к растворителю содержит растворенный 1,6-GPS, благодаря чему в процессе последующей кристаллизации получают особо чистые кристаллы, содержащие, в частности состоящие из 1,1-GPM, или 1,6-GPS, или 1,1-GPM и 1,6-GPS. Не связывая себя теорией, можно полагать, что это базируется на очень хороших характеристиках роста зародышей кристаллов, полученных на этапе b) согласно изобретению, в то время как в обычных технических реакторах, в частности, суспензионных реакторах, этапы могут привести к образованию кромок излома, при этом при продолжающемся росте кристаллов эти кромки излома представляют собой предпочтительное место роста кристаллов, т.е. кристаллизация предпочтительно происходит на этих кромках излома. Из-за предпочтительного роста кристаллов на этих кромках излома происходит включение растворителей, в частности, воды или жидкой фазы, присутствующей согласно изобретению, в частности, изомальтсодержащей жидкой фазы, в кристаллическую структуру получаемых кристаллов, в результате чего после получения кристаллической фазы кристаллы будут содержать примеси, в частности нежелательные включения.

Преимуществом способа согласно изобретению является то, что он позволяет получить особенно однородное распределение кристаллов по размерам, в частности, распределение кристаллов по размерам, регулируемое путем управления сдвигом и/или параметрами процесса, в фазах, обогащенных 1,1-GPM и/или 1,6-GPS, что позволяет

эффективно отделять их от других фаз, в частности, от жидкой фазы.

Таким образом, изобретение предлагает особенно простой и эффективный способ получения обогащенных 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовых композиций из изомальтсодержащего раствора, в частности, чистого 1,1-GPM и/или чистого 1,6-GPS, который воспользуется разными произведениями растворимости 1,1-GPM и 1,6-GPS, причем получают две отдельные фазы, которые имеют более высокое содержание 1,1-GPM или соответственно 1,6-GPS, чем в изомальтсодержащем растворе соответствующем этапу а), то есть которые обогащены 1,1-GPM или, соответственно 1,6-GPS. В частности, способ согласно изобретению позволяет получить как обогащенную 1,1-GPM, так и обогащенную 1,6-GPS изомальтовые композиции в одном процессе. Согласно изобретению можно также предусмотреть осуществление способа по изобретению таким образом, чтобы получить только изомальтовую композицию, обогащенную 1,1-GPM. Согласно изобретению в предпочтительном варианте осуществления можно также предусмотреть осуществление способа по изобретению таким образом, чтобы получить только изомальтовую композицию, обогащенную 1,6-GPS.

Изобретением предусматривается, в частности, что на этапе а) готовится изомальтсодержащий раствор, имеющий содержание изомальта от 65 до 90 вес.% (в расчете на полный вес изомальтсодержащего раствора).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения подготовленный на этапе а) изомальтсодержащий раствор содержит от 70 до 85 вес.%, в частности, от 70 до 80 вес.% изомальта, предпочтительно от 72 до 80 вес.%, предпочтительно от 74 до 80 вес.%, предпочтительно от 76 до 80 вес.%, предпочтительно от 70 до 78 вес.%, предпочтительно от 74 до 76 вес.%, предпочтительно от 70 до 74 вес.%, предпочтительно от 70 до 75 вес.%, предпочтительно от 70 до 76 вес.%, предпочтительно от 72 до 76 вес.%, предпочтительно от 74 до 76 вес.%, предпочтительно от 75 до 80 вес.%, или предпочтительно от 76 до 80 вес.% (в расчете на полный вес изомальтсодержащего раствора).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения подготовленный на этапе а) изомальтсодержащий раствор является насыщенным раствором, особенно предпочтительно пересыщенным раствором.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения подготовленный на этапе а) изомальтсодержащий раствор имеет содержание 1,1-GPM от 35 до 61 вес.%, предпочтительно от 46 до 56 вес.%, предпочтительно от 48 до 55 вес.%, предпочтительно от 49 до 54 вес.%, предпочтительно от 50 до 53 вес.% (в расчете на полный вес сухих веществ изомальтсодержащего раствора).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения подготовленный на этапе а) изомальтсодержащий раствор имеет содержание 1,6-GPS от 39 до 65 вес.%, предпочтительно от 44 до 54 вес.%, предпочтительно от 45 до 52 вес.%, предпочтительно от 46 до 51 вес.%, предпочтительно от 47 до 50 вес.% (в расчете на полный вес сухих веществ изомальтсодержащего раствора).

от 46 до 51 вес.%, предпочтительно от 47 до 50 вес.% (в расчете на полный вес сухих веществ изомальтсодержащего раствора).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения подготовленный на этапе а) изомальтсодержащий раствор имеет содержание 1,1-GPM от 45 до 57 вес.%, предпочтительно от 47 до 56 вес.%, предпочтительно от 48 до 55 вес.%, предпочтительно от 49 до 54 вес.%, предпочтительно от 50 до 53 вес.% 1,1-GPM и содержание 1,6-GPS от 43 до 55 вес.%, предпочтительно от 44 до 53 вес.%, предпочтительно от 45 до 52 вес.%, предпочтительно от 46 до 51 вес.%, предпочтительно от 47 до 50 вес.% 1,6-GPS (в расчете на полный вес сухих веществ изомальтсодержащего раствора).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения подготовленный на этапе а) изомальтсодержащий раствор имеет содержание 1,1-GPM от 45 до 57 вес.% и содержание 1,6-GPS от 43 до 55 вес.% (в расчете на полный вес сухих веществ изомальтсодержащего раствора).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения подготовленный на этапе а) изомальтсодержащий раствор имеет температуру от 50°C до 90°C, предпочтительно от 60°C до 90°C, предпочтительно от 61°C до 85°C, предпочтительно от 64°C до 85°C, предпочтительно от 50°C до 80°C, предпочтительно от 60°C до 80°C, предпочтительно от 60°C до 75°C, предпочтительно от 64°C до 75°C, предпочтительно от 64°C до 75°C, или предпочтительно от 64°C до 70°C. В одном предпочтительном варианте осуществления изомальтсодержащий раствор доводят до одной из указанных выше температур на этапе а).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения подготовленный на этапе а) изомальтсодержащий раствор содержит 1,1-GPM, 1,6-GPS и по меньшей мере одно вещество, выбранное из группы, состоящей из 1,1-GPS, других дезокси-дисахаридных спиртов, полисахаридов, олигосахаридов, трисахаридов, моносахаридов, дисахаридов, сорбита, маннита и изомелезитозы.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения подготовленный на этапе а) изомальтсодержащий раствор содержит 1,1-GPM, 1,6-GPS и по меньшей мере одно вещество, выбранной из группы, состоящей из 1,1-GPS, других дезокси-дисахаридных спиртов, олигосахаридов, трисахаридов, моносахаридов, дисахаридов, сорбита, маннита и изомелезитозы.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения изомальтсодержащий раствор, подготовленный на этапе а) и дополнительно обработанный на этапах б) и с), не содержит других веществ, кроме воды, 1,1-GPM, 1,6-GPS, а также по меньшей мере одного вещества, выбранного из группы, состоящей из 1,1-GPS, других дезокси-дисахаридных спиртов, олигосахаридов, трисахаридов, моносахаридов, дисахаридов, сорбита, маннита и изомелезитозы.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения изомальтсодержащий раствор, подготовленный на этапе а) и дополнительно обработанный на этапах б) и с), не содержит гуммиарабика.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения изомальтсодержащий раствор, подготовленный на этапе а) и дополнительно обработанный на этапах б) и с), не содержит других веществ, кроме воды, 1,1-GPM и 1,6-GPS.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения подготовленный на этапе а) изомальтсодержащий раствор является раствором изомальта в растворителе, в частности, воде, этаноле, пропаноле, изопропаноле, бутаноле, изобутаноле или их смесях. В одном особенно предпочтительном варианте осуществления подготовленный на этапе а) изомальтсодержащий раствор является водным раствором с небольшим содержанием этанола, пропанола, изопропанола, бутанола и/или изобутанола, в частности, содержащим от 0,1 до 5 об.% спиртов в расчете на весь водный раствор. В следующем особенно предпочтительном варианте осуществления растворитель в подготовленном на этапе а) изомальтсодержащем растворе является водой, в частности, полностью деминерализованной водой. Изомальтсодержащий раствор, подготовленный на этапе а), предпочтительно не содержит органических растворителей.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения подготовленный на этапе а) изомальтсодержащий раствор представляет собой водный раствор, в частности, водный раствор с рН в интервале от 3,0 до 8,0, предпочтительно от 3,5 до 7,5, предпочтительно от 4,0 до 7,0, предпочтительно от 4,3 до 6,5, предпочтительно от 4,6 до 6,0, предпочтительно от 4,8 до 5,5, или предпочтительно от 4,9 до 5,5, и предпочтительно имеет значение рН 4,9, предпочтительно 6,0, предпочтительно 8,0, предпочтительно 4,5, предпочтительно 4,0, предпочтительно 3,5, предпочтительно 3,0.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения изомальтсодержащий раствор получен непосредственно из изомальта и воды, факультативно из изомальта, воды и дополнительных, уже упоминавшихся компонентов.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения подготавливаемый на этапе а) изомальтсодержащий раствор получают на этапе а1), проводимом перед этапом а), из исходного изомальтсодержащего раствора или суспензии путем выпаривания или обратного осмоса. В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения подготавливаемый на этапе а) изомальтсодержащий раствор получают на этапе а1) из исходного раствора или суспензии изомальта в воде путем повышения температуры раствора или суспензии, в частности, при давлении ниже атмосферного.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения подготавливаемый на этапе а) изомальтсодержащий раствор получают на этапе а1) из исходного раствора или суспензии изомальта в воде путем обратного осмоса, в частности, при давлении выше атмосферного.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения подготавливаемый на этапе а) изомальтсодержащий раствор получают на этапе а1) путем добавления кристаллического изомальта в воду, в частности, обессоленную воду. В одном

предпочтительном варианте осуществления изобретения подготавливаемый на этапе а) изомальтсодержащий раствор получают на этапе а1) путем добавления кристаллического изомальта в низкоконцентрированный раствор или суспензию, которые содержат изомальт.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения подготавливаемый на этапе а) изомальтсодержащий раствор получают на этапе а1) из исходного раствора или суспензии, которые содержат изомальт, путем сгущения исходного раствора, предпочтительно выпариванием, в частности, при давлении ниже атмосферного давления, путем обратного осмоса, в частности, при давлении выше атмосферного, и/или путем добавления кристаллического изомальта, или путем разбавления исходного раствора или суспензии, предпочтительно за счет добавления воды, и в результате получают подготовленный на этапе а) изомальтсодержащий раствор.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения используемый на этапе а1) исходный изомальтсодержащий раствор или изомальтсодержащую суспензию получают путем селективного гидрирования, в частности, селективного гидрирования 1,6-GPS.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения используемый на этапе а1) исходный изомальтсодержащий раствор получают путем селективного гидрирования, в частности, селективного гидрирования с использованием катализатора гидрирования, содержащего, в частности, состоящего из рутения или оксида рутения и подложки катализатора.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения используемый на этапе а1) исходный изомальтсодержащий раствор получают путем селективного гидрирования, в частности, селективного гидрирования с использованием катализатора гидрирования, содержащего, в частности, состоящего из никеля, никеля Рэнея или нанесенного никеля.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения полученный на этапе а1) изомальтсодержащий исходный раствор имеет температуру от 50°C до 95°C, в частности, от 55°C до 90°C, в частности, от 60°C до 85°C, в частности, от 65°C до 80°C, предпочтительно от 65°C до 70°C.

В одном особенно предпочтительном варианте осуществления полученный на этапе а1) изомальтсодержащий исходный раствор имеет по меньшей мере на 10°C более высокую температуру, предпочтительно по меньшей мере на 8°C выше, предпочтительно по меньшей мере на 5°C выше, или предпочтительно по меньшей мере на 3°C выше, чем подготавливаемый на этапе а) изомальтсодержащий раствор. Предпочтительно, полученный на этапе а1) изомальтсодержащий раствор предпочтительно охлаждают до температуры, предпочтительно используемой на этапе а).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения этап а1) проводится в испарителе.

Способ согласно изобретению на этапе b), проводимом после этапа а) и перед

этапом с), включает образование зародышей кристаллов посредством мгновенного испарения.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения после этапа а) и перед этапом б) температуру изомальтсодержащего раствора корректируют. Согласно изобретению, перед мгновенным испарением, то есть после этапа а) и перед этапом б), температуру подаваемого изомальтсодержащего раствора предпочтительно устанавливают на уровне от 50°C до 90°C, предпочтительно от 55°C до 80°C, особенно предпочтительно от 60°C до 75°C.

Подготовленный на этапе а) изомальтсодержащий раствор предпочтительно имеет температуру от 50°C до 90°C, предпочтительно от 55°C до 80°C, особенно предпочтительно от 60°C до 75°C.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения мгновенное испарение в соответствии с этапом б) проводится в непрерывном режиме.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения мгновенное испарение в соответствии с этапом б) проводится в периодическом режиме.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения при мгновенном испарении в соответствии с этапом б), выполняемом после этапа а) и перед этапом с), абсолютное давление снижают по меньшей мере на 5%, предпочтительно по меньшей мере на 10%, предпочтительно по меньшей мере на 50%, предпочтительно по меньшей мере на 70%, или предпочтительно по меньшей мере на 90% (относительно установленного исходно атмосферного абсолютного давления).

Этапы а1), а), с), d) и е) предпочтительно проводятся при давлении выше, чем на этапе б).

Этапы а), с), d) и е) предпочтительно проводятся при давлении выше, чем на этапе б).

Этапы а1), а), d) и е) предпочтительно проводятся при давлении выше, чем на этапе б).

Этапы а), d) и е) предпочтительно проводятся при давлении выше, чем на этапе б).

Этапы а1), а), с), d) и е) предпочтительно проводятся при атмосферном давлении.

Этапы а), с), d) и е) предпочтительно проводятся при атмосферном давлении.

Этапы а1), а), d) и е) предпочтительно проводятся при атмосферном давлении.

Этапы а), d) и е) предпочтительно проводятся при атмосферном давлении.

В особенно предпочтительном варианте осуществления этап с) проводится при атмосферном давлении, если этап с) реализуется в форме кристаллизации охлаждением или изотермической кристаллизации. Если этап с) реализуется как испарительная кристаллизация, то этап с) предпочтительно проводится при давлении ниже, чем атмосферное, в частности, в вакууме.

В одном варианте осуществления, особенно предпочтительном согласно изобретению, при мгновенном испарении в соответствии с этапом б) после этапа а) и перед этапом с) абсолютное давление снижается, предпочтительно до уровня от 10 до 500

мбар, предпочтительно от 20 до 400 мбар, предпочтительно от 30 до 300 мбар, предпочтительно от 50 до 200 мбар, предпочтительно 90 до 110 мбар, в частности, от 90 до 100 мбар.

В следующем предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения при мгновенном испарении в соответствии с этапом b) после этапа a) и перед этапом c) абсолютное давление снижается до уровня не выше 500 мбар, предпочтительно не выше 400 мбар, предпочтительно не выше 300 мбар, предпочтительно не выше 200 мбар, предпочтительно не выше 150 мбар, предпочтительно не выше 100 мбар, предпочтительно не выше 80 мбар, предпочтительно не выше 50 мбар, предпочтительно не выше 20 мбар, предпочтительно не выше 10 мбар.

В следующем варианте осуществления, предпочтительном согласно изобретению, мгновенное испарение в соответствии с этапом b) после этапа a) и перед этапом c) проводится при температуре в диапазоне от 30°C до 70°C, предпочтительно от 35°C до 65°C, предпочтительно от 30°C до 60°C, предпочтительно от 40°C до 60°C, предпочтительно от 45°C до 55°C, предпочтительно от 50°C до 55°C.

В еще одном варианте осуществления, предпочтительном согласно изобретению, мгновенное испарение в соответствии с этапом b) после этапа a) и перед этапом c) проводится при температуре в диапазоне от 30°C до 70°C, предпочтительно от 35°C до 65°C, предпочтительно от 40°C до 60°C, предпочтительно от 30°C до 60°C, предпочтительно от 45°C до 55°C, предпочтительно от 50°C до 55°C и при пониженном абсолютном давлении, предпочтительно при давлении от 10 до 500 мбар, предпочтительно от 20 до 400 мбар, предпочтительно от 30 до 300 мбар, предпочтительно от 50 до 200 мбар, предпочтительно от 90 до 110 мбар, в частности, при 90-100 мбар и температуре 50-55°C.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения при мгновенном испарении в соответствии с этапом b) после этапа a) и перед этапом c) подготовленный на этапе a) изомальтсодержащий раствор подвергается воздействию абсолютного давления до тех пор, пока 10-50%, в частности, 15-40%, в частности, 20-30% количества растворенного 1,1-GPM, содержащегося в изомальтсодержащем растворе, подготовленном на этапе a), не перейдет в первую кристаллическую фазу и, таким образом, не будет достигнуто обогащение 1,1-GPM первой кристаллической фазы и обогащение 1,6-GPS первой жидкой фазы.

Этап b) предпочтительно можно провести в течение периода от 2 минут до 12 часов, от 3 минут до 10 часов, предпочтительно от 4 минут до 9 часов, предпочтительно от 1 до 12 часов, предпочтительно от 2 до 8 часов, предпочтительно от 3 до 7 часов, предпочтительно от 4 до 6 часов, предпочтительно от 1 до 5 часов, предпочтительно от 2 до 5 часов, предпочтительно от 3 до 5 часов, предпочтительно от 4 до 5 часов, предпочтительно в течение 5 часов.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения этап b) выполняется так, чтобы перевести на этапе b) от 20% до 30% имевшегося на этапе a)

растворенного 1,1-GPM в первую кристаллическую фазу (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) 1,1-GPM в растворе, подготовленном на этапе а)).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения мгновенное испарение в соответствии с этапом б) после этапа а) и перед этапом с) проводится так, чтобы на этапе б) повысить содержание сухих веществ в подготовленном на этапе а) изомальтсодержащем растворе на 1-10 вес.%, предпочтительно на 1-8 вес.%, предпочтительно на 1-6 вес.% (в расчете на общий вес сухих веществ (с.в.) подготовленного изомальтсодержащего раствора и полученной первой изомальтсодержащей суспензии).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения первая кристаллическая фаза первой изомальтсодержащей суспензии, полученной после мгновенного испарения в соответствии с этапом б), имеет содержание 1,1-GPM от 57 до 100 вес.%, предпочтительно от 60 до 100 вес.%, предпочтительно от 62 до 99 вес.%, предпочтительно от 65 до 99 вес.%, предпочтительно от 67 до 95 вес.% 1,1-GPM, а также содержание 1,6-GPS от 0 до 43 вес.%, предпочтительно от 0 до 40 вес.%, предпочтительно от 1 до 38 вес.%, предпочтительно от 1 до 35 вес.%, предпочтительно от 5 до 33 вес.% 1,6-GPS (в расчете на полный вес сухих веществ первой кристаллической фазы суспензии, полученной после этапа б)).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения первая жидкая фаза первой изомальтсодержащей суспензии, полученной после мгновенного испарения в соответствии с этапом б), имеет содержание 1,1-GPM от 25 до 35 вес.%, предпочтительно от 28 до 34 вес.%, предпочтительно от 29 до 33 вес.%, предпочтительно от 30 до 32 вес.%, предпочтительно от 31 вес.% 1,1-GPM, а также содержание 1,6-GPS от 65 до 75 вес.%, предпочтительно от 66 до 72 вес.%, предпочтительно от 67 до 71 вес.%, предпочтительно от 68 до 70 вес.%, предпочтительно от 68 вес.% 1,6-GPS (в расчете на полный вес сухих веществ, оставшихся в первой жидкой фазе после этапа б)).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения после мгновенного испарения первая жидкая фаза первой изомальтсодержащей суспензии, полученной в соответствии с этапом б), имеет содержание сухих веществ от 56 до 80 вес.%, предпочтительно от 69 до 74 вес.%, предпочтительно от 70 до 73 вес.%, предпочтительно от 71 до 72 вес.% (в расчете на полный вес первой суспензии, полученной после этапа б)).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения на этапе б) не проводится внесения кристаллической затравки, в частности, затравочных кристаллов изомальта, 1,1-GPM и/или 1,6-GPS.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения процесс кристаллизации проводится в соответствии с этапом с) в кристаллизаторе.

На этапе с) первую изомальтсодержащую суспензию предпочтительно подвергают воздействию условий, которые не обеспечивают полную растворимость изомальта в первой используемой жидкой фазе, так что происходит дальнейшая кристаллизация

изомальта, предпочтительно 1,1-GPM, в частности, первая кристаллическая фаза дополнительно обогащается 1,1-GPM, а первая жидкая фаза дополнительно обогащается 1,6-GPS, с получением второй суспензии, содержащей вторую кристаллическую фазу и вторую жидкую фазу, причем вторая кристаллическая фаза предпочтительно обогащена 1,1-GPM, а вторая жидкая фаза предпочтительно обогащена 1,6-GPS. При этом в одном предпочтительном варианте осуществления 1,6-GPS и 1,1-GPM присутствуют частично растворенными и частично нерастворенными.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения кристаллизация в соответствии с этапом с) может проводиться в непрерывном режиме.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения кристаллизация в соответствии с этапом с) может проводиться в периодическом режиме.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения кристаллизация на этапе с) представляет собой изотермическую кристаллизацию, кристаллизацию охлаждением и/или испарительную кристаллизацию, в частности, многоступенчатую испарительную кристаллизацию.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения полученную на этапе b) первую изомальтсодержащую суспензию подвергают на этапе с) кристаллизации, предпочтительно изотермической кристаллизации. Согласно изобретению, в случае изотермической кристаллизации предпочтительно устанавливать температуру первой изомальтсодержащей суспензии в интервале от 50°C до 60°C, предпочтительно от 52°C до 60°C, предпочтительно от 54°C до 60°C, предпочтительно от 51°C до 59°C, предпочтительно от 52°C до 59°C, предпочтительно от 53°C до 59°C, предпочтительно от 54°C до 59°C, предпочтительно от 52°C до 58°C, предпочтительно от 53°C до 57°C, предпочтительно от 53°C до 58°C, предпочтительно от 54°C до 58°C, предпочтительно от 54°C до 57°C, предпочтительно от 54°C до 57°C, или предпочтительно от 54°C до 56°C.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения температура изотермической кристаллизации на этапе с) составляет от 50°C до 60°C, предпочтительно от 51°C до 60°C, предпочтительно от 52°C до 60°C, предпочтительно от 53°C до 59°C, предпочтительно от 50°C до 59°C, предпочтительно от 51°C до 59°C, предпочтительно от 52°C до 58°C, предпочтительно от 53°C до 58°C, предпочтительно от 54°C до 60°C, предпочтительно от 54°C до 58°C, предпочтительно от 54°C до 56°C, предпочтительно от 53°C до 57°C, предпочтительно от 53°C до 56°C, или предпочтительно от 54°C до 56°C. В одном варианте осуществления, особенно предпочтительном согласно изобретению, изотермическая кристаллизация, проводимая на этапе с), происходит при температуре, установленной на этапе с), при этом выделяющаяся теплота кристаллизации непрерывно отводится.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения изотермическая кристаллизация изомальтсодержащей суспензии на этапе с) проводится в течение периода от 10 до 100 часов, предпочтительно от 20 до 100 часов, предпочтительно от 20 до 80 часов, предпочтительно от 20 до 60 часов, предпочтительно от 20 до 52 часов,

предпочтительно от 20 до 40 часов, предпочтительно от 30 до 80 часов, предпочтительно от 30 до 70 часов, предпочтительно от 30 до 60 часов, предпочтительно от 30 до 50 часов или предпочтительно от 30 до 40 часов.

Реализация этапа с) путем изотермической кристаллизации с успехом приводит к однородному распределению кристаллов по размерам, поскольку, не связывая себя теорией, можно полагать, что постоянное снижение пересыщения с продолжением кристаллизации сводит к минимуму риск образования мелких зерен на более поздних сроках процесса. Кроме того, этот режим приводит к увеличению срока службы реакторов, применяющихся для кристаллизации, поскольку наблюдается меньшее образование отложений и/или меньшее образование корок по сравнению с другими способами кристаллизации, в частности, кристаллизации охлаждением с использованием постепенного охлаждения. Не привязываясь к теории, можно считать, что уменьшенное образование отложений и/или корок объясняется лишь незначительной разницей температур между применяемыми охлаждающими элементами и используемой изомальтсодержащей суспензией (густой взвесью).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения первую изомальтсодержащую суспензию, полученную на этапе b), подвергают на этапе с) кристаллизации, предпочтительно кристаллизации охлаждением. Согласно изобретению, при применении кристаллизации охлаждением предпочтительно, чтобы температура кристаллизации охлаждением на этапе с) снижалась поэтапно предпочтительно не более чем на 2 К/ч, предпочтительно не более чем на 1 К/ч, предпочтительно не более чем на 0,8 К/ч, предпочтительно не более чем на 0,6 К/ч, предпочтительно не более чем на 0,4 К/ч, предпочтительно не более чем на 0,2 К/ч, особенно предпочтительно не более чем на 0,1 К/ч, чтобы дополнительно повысить выход кристаллов, обогащенных 1,1-GPM. Предпочтительной является скорость охлаждения от 0,8 до 1,5 К/ч, предпочтительно начиная с температуры 65°C и заканчивая температурой 37°C.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения кристаллизация охлаждением изомальтсодержащей суспензии на этапе с) проводится в течение периода от 10 до 100 часов, предпочтительно от 20 до 100 часов, предпочтительно от 20 до 80 часов, предпочтительно от 20 до 60 часов, предпочтительно от 20 до 52 часов, предпочтительно от 20 до 40 часов, предпочтительно от 30 до 80 часов, предпочтительно от 30 до 70 часов, предпочтительно от 30 до 60 часов, предпочтительно от 30 до 50 часов или предпочтительно от 30 до 40 часов.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения кристаллизация, в частности, испарительная кристаллизация, в частности, многоступенчатая испарительная кристаллизация, осуществляется путем повышения на этапе с) концентрации первой изомальтсодержащей суспензии, полученной на этапе b), в частности, повышается концентрация изомальта в жидкой фазе первой изомальтсодержащей суспензии, в частности, с использованием многокорпусного испарителя.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения многокорпусный испаритель содержит по меньшей мере два реактора, предпочтительно по меньшей мере 3 реактора, предпочтительно по меньшей мере 4 реактора, предпочтительно по меньшей мере 5 реакторов, предпочтительно по меньшей мере 6 реакторов, предпочтительно по меньшей мере 7, предпочтительно максимум 3 реактора, предпочтительно максимум 4 реактора, предпочтительно максимум 5 реакторов, предпочтительно максимум 6 реакторов, предпочтительно максимум 7 реакторов.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения в многокорпусном испарителе удаляется, частично или полностью, по меньшей мере один растворитель, предпочтительно один растворитель, предпочтительно несколько растворителей, особенно предпочтительно вода и по меньшей мере один спирт. Концентрацию изомальта в жидкой фазе второй изомальтсодержащей суспензии на этапе с) согласно изобретению предпочтительно устанавливать так, чтобы количества растворителя не хватало для растворения при заданной температуре полного количества изомальта.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения давление в многокорпусном испарителе на этапе с) составляет от 0,01 до 2 бар, предпочтительно от 0,01 до 1 бар, предпочтительно от 0,01 до 0,5 бар, предпочтительно от 0,1 до 1 бар, предпочтительно от 0,1 до 0,5 бар.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения испарительная кристаллизация на этапе с) проводится в соответствующих реакторах многокорпусного испарителя, то есть в каждом реакторе протекает изотермическая кристаллизация.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения давление в следующем реакторе в многокорпусном испарителе на этапе с) снижено по сравнению с предшествующим реактором по меньшей мере на 5%, предпочтительно по меньшей мере на 10%, предпочтительно по меньшей мере на 12%, предпочтительно по меньшей мере на 15, или предпочтительно по меньшей мере на 20%.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения температура в следующем реакторе многокорпусного испарителя на этапе с) снижена по сравнению с предшествующим реактором по меньшей мере на 5%, предпочтительно по меньшей мере на 10%, предпочтительно по меньшей мере на 12%, предпочтительно по меньшей мере на 15% или предпочтительно по меньшей мере на 20%.

Количественное соотношение между 1,1-GPM и 1,6-GPS в обогащенной 1,1-GPM второй кристаллической фазе и в обогащенной 1,6-GPS второй жидкой фазе можно регулировать температурой и/или давлением, в частности, профилем температуры и/или профилем давления в отдельных реакторах многокорпусного испарителя.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения испарительная кристаллизация изомальтсодержащей суспензии на этапе с) проводится в течение периода от 1 минуты до 14 часов, в частности, в многокорпусном испарителе.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения во время

кристаллизации на этапе с) введение затравочных кристаллов, в частности, изомальта, 1,1-GPM и/или 1,6-GPS, не проводится.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения в процессе, в частности, во время предпочтительной согласно изобретению изотермической кристаллизации на этапе с), не проводится введение затравочных кристаллов, в частности, изомальта, 1,1-GPM и/или 1,6-GPS.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения на этапах b) и с) не проводится введение затравочных кристаллов, в частности, изомальта, 1,1-GPM и/или 1,6-GPS.

В следующем варианте осуществления, предпочтительном согласно изобретению, на этапе с) добавляется кристаллический изомальт, 1,1-GPM или 1,6-GPS в чистой или почти чистой форме в качестве затравочных кристаллов. После введения затравки в изомальтсодержащий раствор легко растворимые кристаллы 1,6-GPS растворяются, а менее растворимые кристаллы 1,1-GPM остаются как зародыши кристаллизации.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения вторая кристаллическая фаза, обогащенная 1,1-GPM на этапе с), содержит смесь 1,1-GPM и 1,6-GPS, содержащую от 57 до 99 вес.% 1,1-GPM и от 43 до 1 вес.% 1,6-GPS, предпочтительно от 60 до 80 вес.% 1,1-GPM и от 20 до 40 вес.% 1,6-GPS, предпочтительно от 60 до 75 вес.% 1,1-GPM и от 25 до 40 вес.% 1,6-GPS, предпочтительно от 65 до 75 вес.% 1,1-GPM и от 25 до 35 вес.% 1,6-GPS (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) второй кристаллической фазы).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения вторая жидкая фаза, обогащенная 1,6-GPS на этапе с), содержит смесь 1,1-GPM и 1,6-GPS, содержащую от 43 до 1 вес.% 1,1-GPM и от 57 до 99 вес.% 1,6-GPS, предпочтительно от 20 до 25 вес.% 1,1-GPM и от 80 до 75 вес.% 1,6-GPS (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) второй жидкой фазы).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения отделенная на этапе d) вторая кристаллическая фаза содержит по меньшей мере 60 вес.% 1,1-GPM, предпочтительно по меньшей мере 67 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 75 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 80 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 85 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 90 вес.%, или предпочтительно по меньшей мере 95 вес.% (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) второй кристаллической фазы).

В одном особенно предпочтительном варианте осуществления отделенная на этапе d) вторая кристаллическая фаза содержит по меньшей мере 99 вес.%, в частности, 100 вес.% 1,1-GPM (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) второй кристаллической фазы).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения отделенная на этапе d) вторая кристаллическая фаза содержит не более 40 вес.% 1,6-GPS, предпочтительно не более 32 вес.%, предпочтительно не более 25 вес.%, предпочтительно не более 20 вес.%, предпочтительно не более 15 вес.%, предпочтительно не более 10

вес.%, или предпочтительно не более 5 вес.% (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) второй кристаллической фазы).

В одном особенно предпочтительном варианте осуществления отделенная на этапе d) вторая кристаллическая фаза содержит не более 1 вес.%, в частности, 0 вес.% 1,6-GPS (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) второй кристаллической фазы).

В одном варианте осуществления, особенно предпочтительном согласно изобретению, отделенная на этапе d) кристаллическая фаза не содержит или почти не содержит 1,6-GPS.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения отделенная на этапе d) вторая кристаллическая фаза содержит от 60 до 75 вес.% 1,1-GPM, в частности, от 60 до 72 вес.%, предпочтительно от 65 до 71 вес.%, предпочтительно от 66 до 70 вес.%, от 67 до 69 вес.%, предпочтительно 68 вес.% 1,1-GPM (в расчете на полный вес второй кристаллической фазы) и от 25 до 40 вес.%, в частности, от 28 до 40 вес.% 1,6-GPS, предпочтительно от 29 до 35 вес.%, предпочтительно от 30 до 34 вес.%, от 31 до 33 вес.%, предпочтительно 32 вес.% 1,6-GPS (в расчете на полный вес (с.в.) второй кристаллической фазы).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения отделенная на этапе d) вторая кристаллическая фаза содержит от 60 до 75 вес.% 1,1-GPM, в частности, от 65 до 71 вес.% (в расчете на полный вес второй кристаллической фазы) и от 25 до 40 вес.%, в частности, от 29 до 35 вес.% 1,6-GPS (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) второй кристаллической фазы).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения кристаллы, содержащиеся в отделенной на этапе d) второй кристаллической фазе, имеют отношение длины к ширине от 7,0 до 10,5, в частности от 7,5 до 10,0, в частности от 7,5 до 9,0, в частности от 7,5 до 8,5, в частности 8,0 (среднее значение).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения кристаллы, содержащиеся в отделенной на этапе d) второй кристаллической фазе, имеют отношение длины к ширине от 6,5 до 10,0, в частности от 7,0 до 9,5, в частности от 7,5 до 9,0, в частности от 7,5 до 8,5, в частности 7,8 (медианное значение).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения отделенная на этапе d) вторая жидкая фаза содержит от 15 до 32 вес.% 1,1-GPM, предпочтительно от 17 до 30 вес.%, предпочтительно от 19 до 28 вес.%, от 20 до 26 вес.%, предпочтительно от 21 до 24 вес.% (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) второй жидкой фазы).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения отделенная на этапе d) вторая жидкая фаза содержит по меньшей мере 72 вес.% 1,6-GPS, предпочтительно по меньшей мере 75 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 80 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 85 вес.%, или предпочтительно по меньшей мере 90 вес.% (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) второй жидкой фазы).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения отделенная на этапе d) вторая жидкая фаза содержит от 68 до 85 вес.% 1,6-GPS, предпочтительно от 70

до 83 вес.%, предпочтительно от 72 до 81 вес.%, от 74 до 80 вес.%, предпочтительно от 76 до 79 вес.% (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) второй жидкой фазы).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения отделенная на этапе d) вторая жидкая фаза содержит от 15 до 32 вес.% 1,1-GPM, предпочтительно от 17 до 30 вес.%, предпочтительно от 19 до 28 вес.%, предпочтительно от 20 до 26 вес.%, предпочтительно от 21 до 24 вес.% 1,1-GPM (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) второй жидкой фазы) и от 68 до 85 вес.% 1,6-GPS, предпочтительно от 70 до 83 вес.%, предпочтительно от 72 до 81 вес.%, предпочтительно от 74 до 80 вес.%, предпочтительно от 76 до 79 вес.% 1,6-GPS (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) второй жидкой фазы).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения отделенная на этапе d) вторая жидкая фаза содержит от 15 до 32 вес.% 1,1-GPM (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) второй жидкой фазы) и от 68 до 85 вес.% 1,6-GPS (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) второй жидкой фазы).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения отделенная вторая кристаллическая фаза, обогащенная 1,1-GPM, содержит не более 20 вес.% воды, предпочтительно не более 18 вес.%, предпочтительно не более 15 вес.%, предпочтительно не более 13 вес.%, предпочтительно от 5 до 20 вес.% воды, предпочтительно от 8 до 18 вес.%, предпочтительно от 10 до 15 вес.%, или предпочтительно от 11 до 13 вес.% (в расчете на полный вес обогащенной 1,1-GPM второй кристаллической фазы).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенную 1,1-GPM вторую кристаллическую фазу отделяют на этапе d) от обогащенной 1,6-GPS второй жидкой фазы путем декантации, фильтрации, седиментации или центрифугирования, особенно предпочтительно центрифугированием. Предусмотренное согласно изобретению разделение, в частности, центрифугирование, приводит к отделению второй жидкой фазы от второй кристаллической фазы, которая обогащена 1,1-GPM, тогда как вторая жидкая фаза обогащена 1,6-GPS.

Отделенную вторую кристаллическую фазу, обогащенную 1,1-GPM, можно обработать дополнительно на дополнительных этапах очистки и сгущения с получением обогащенной 1,1-GPM композиции, в частности, до кристаллического 1,1-GPM с чистотой по меньшей мере 95 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 96 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 97 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 98 вес.% или предпочтительно по меньшей мере 99 вес.% (в каждом случае вес 1,1-GPM от полного веса сухих веществ (с.в.) композиции).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенную 1,1-GPM вторую кристаллическую фазу сушат после этапа d) и на этапе e) получают твердую изомальтовую композицию, обогащенную 1,1-GPM.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенную 1,6-GPS вторую жидкую фазу после этапа d) сгущают по меньшей мере однократно, предпочтительно по меньшей мере дважды или предпочтительно по меньшей мере

трижды, и на этапе е) получают жидкую изомальтовую композицию, обогащенную 1,6-GPS.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенную 1,6-GPS вторую жидкую фазу после этапа d) сгущают до содержания сухих веществ по меньшей мере 60 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 65 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 70 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 75 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 80 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 85 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 90 вес.%, или предпочтительно по меньшей мере 95 вес.% (в расчете на полный вес композиции) и на этапе е) получают жидкую обогащенную 1,6-GPS изомальтовую композицию.

В еще одном, предпочтительном согласно изобретению, варианте осуществления обогащенную 1,6-GPS вторую жидкую фазу на следующих этапах очистки и сгущения обрабатывают дальше до образования обогащенной 1,6-GPS изомальтовой композиции, в частности, до кристаллического 1,6-GPS с содержанием сухих веществ по меньшей мере 95 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 96 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 97 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 98 вес.%, или предпочтительно по меньшей мере 99 вес.% (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) изомальтовой композиции).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенную 1,6-GPS изомальтовую композицию получают из обогащенной 1,6-GPS второй жидкой фазы, проводя сгущение и затем кристаллизацию охлаждением обогащенной 1,6-GPS второй жидкой фазы, при этом кристаллизацию охлаждением предпочтительно проводят в диапазоне температур от 40°C до 60°C, предпочтительно от 50°C до 60°C, предпочтительно от 40°C до 50°C, или предпочтительно от 45°C до 55°C, и предпочтительно при скоростях охлаждения от 0,1 до 0,3 К/ч, предпочтительно от 0,2 до 0,3 К/ч, или предпочтительно от 0,1 до 0,2 К/ч. При необходимости сгущение и кристаллизацию охлаждением повторяют в идентичных условиях до получения желаемого количества кристаллов.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенную 1,6-GPS вторую жидкую фазу сушат после этапа d) и на этапе е) получают твердую изомальтовую композицию, обогащенную 1,6-GPS.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенную 1,6-GPS вторую жидкую фазу сушат после этапа d) и на этапе е) получают твердую изомальтовую композицию, обогащенную 1,6-GPS, в частности, в виде кристаллического продукта.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения высушенная обогащенная 1,6-GPS композиция предпочтительно содержит от 0,05 до 6 вес.% воды, предпочтительно от 2,0 до 3,0 вес.%, предпочтительно от 0,05 до 2,5 вес.%, предпочтительно от 0,05 до 1 вес.%, предпочтительно от 0,1 до 0,5 вес.%, предпочтительно не более 6,0 вес.% воды, предпочтительно не более 4,0 вес.%, предпочтительно не более 2,5 вес.%, предпочтительно не более 2,0 вес.%,

предпочтительно не более 1,0 вес.% или, предпочтительно, не более 0,5 вес.% воды (в расчете на полный вес обогащенной 1,6-GPS кристаллической композиции).

В следующем аспекте настоящее изобретение относится к обогащенным 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовым композициям, которые могут быть получены, в частности, получены способом согласно изобретению.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенная 1,1-GPM изомальтовая композиция содержит от 60 до 72 вес.% 1,1-GPM, предпочтительно от 65 до 71 вес.%, предпочтительно от 66 до 70 вес.%, предпочтительно от 67 до 69 вес.%, предпочтительно от 67 или 68 вес.% (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) обогащенной 1,1-GPM композиции).

В еще одном предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения обогащенная 1,6-GPS изомальтовая композиция по настоящему изобретению содержит от 15 до 32 вес.% 1,1-GPM, предпочтительно от 17 до 30 вес.%, предпочтительно от 19 до 28 вес.%, предпочтительно от 20 до 26 вес.%, предпочтительно от 21 до 14 вес.% 1,1-GPM и от 68 до 85 вес.%, в частности, от 70 до 83 вес.%, в частности, от 72 до 81 вес.%, в частности, от 74 до 80 вес.%, в частности, от 76 до 79 вес.% 1,6-GPS (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) обогащенной 1,6-GPS композиции).

В предпочтительном варианте осуществления изобретение относится к обогащенной 1,1-GPM изомальтовой композиции, содержащей от 60 до 75 вес.% 1,1-GPM и от 25 до 40 вес.% 1,6-GPS (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) композиции), в частности, получаемой способом согласно изобретению.

В предпочтительном варианте осуществления изобретение относится к обогащенной 1,1-GPM изомальтовой композиции, содержащей от 60 до 75 вес.% 1,1-GPM и от 25 до 40 вес.% 1,6-GPS (в расчете на сухое вещество общего количества 1,1-GPM и 1,6-GPS), в частности, получаемой способом согласно изобретению, в частности, с содержанием 1,1-GPM по меньшей мере 60 вес.% (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) композиции).

В предпочтительном варианте осуществления изобретение относится к обогащенной 1,6-GPS изомальтовой композиции, содержащей от 15 до 32 вес.% 1,1-GPM и от 68 до 85 вес.% 1,6-GPS (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) композиции), в частности, получаемой способом согласно изобретению.

В предпочтительном варианте осуществления изобретение относится к обогащенной 1,6-GPS изомальтовой композиции, содержащей от 15 до 32 вес.% 1,1-GPM и от 68 до 85 вес.% 1,6-GPS (в расчете на сухое вещество от полного количества 1,1-GPM и 1,6-GPS), в частности, получаемой способом согласно изобретению, в частности, с содержанием 1,6-GPS по меньшей мере 68 вес.% (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) композиции).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенная 1,1-GPM изомальтовая композиция, полученная на этапе е), содержит по меньшей мере 61 вес.% 1,1-GPM, предпочтительно по меньшей мере 75 вес.% предпочтительно по меньшей

мере 80 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 85 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 90 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 94 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 95 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 96 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 99 вес.%, предпочтительно от 75 до 95 вес.%, предпочтительно от 75 до 90 вес.%, предпочтительно от 75 до 85 вес.%, или предпочтительно 80 до 99 вес.% (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) обогащенной 1,1-GPM изомальтовой композиции).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенная 1,6-GPS изомальтовая композиция, полученная на этапе е), содержит по меньшей мере 72 вес.% 1,6-GPS, предпочтительно по меньшей мере 75 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 80 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 85 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 90 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 95 вес.%, предпочтительно по меньшей мере 99 вес.%, предпочтительно от 72 до 95 вес.%, предпочтительно от 72 до 90 вес.%, предпочтительно от 72 до 85 вес.%, или предпочтительно 80 до 99 вес.% (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) обогащенной 1,6-GPS изомальтовой композиции).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция находится в кристаллической форме.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения кристаллы, содержащиеся в обогащенной 1,1-GPM изомальтовой композиции согласно изобретению, которая предпочтительно представляет собой одну или несколько охарактеризованных выше обогащенных 1,1-GPM изомальтовых композиций, предпочтительных согласно изобретению, имеют отношение длины к ширине от 7,0 до 10,5, в частности от 7,5 до 10,0, в частности от 7,5 до 9,0, в частности от 7,5 до 8,5, в частности 8,0 (среднее значение).

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения кристаллы, содержащиеся в обогащенной 1,1-GPM изомальтовой композиции согласно изобретению, которая предпочтительно представляет собой одну или несколько охарактеризованных выше обогащенных 1,1-GPM изомальтовых композиций, предпочтительных согласно изобретению, имеют отношение длины к ширине от 6,5 до 10,0, в частности от 7,0 до 9,5, в частности от 7,5 до 9,0, в частности от 7,5 до 8,5, в частности 7,8 (медианное значение).

В еще одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция находится в полукристаллической или аморфной форме.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция согласно изобретению, наряду с компонентами 1,1-GPM и 1,6-GPS, содержит по меньшей мере один дополнительный компонент, выбранный из группы, состоящей из маннита, сорбита, сахарозы, 1,1-GPS (1-O- α -D-глюкопиранозил-D-сорбит), гликозилглицитола, дезокси-дисахаридных спиртов, GPI (глюкопиранозил-идит), изомальтозы, изомальтулозы и изомелезитозы.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция согласно изобретению содержит от 0,01 до 0,3 вес.% маннита, предпочтительно от 0,01 до 0,2 вес.%, предпочтительно от 0,01 до 0,1

вес.%, предпочтительно от 0,01 до 0,06 вес.%, от 0,02 до 0,3 вес.%, предпочтительно от 0,02 до 0,2 вес.%, предпочтительно от 0,02 до 0,1 вес.%, или предпочтительно от 0,02 до 0,06 вес.%, предпочтительно не более 0,3 вес.% маннит, предпочтительно не более 0,2 вес.%, предпочтительно не более 0,1 вес.%, или предпочтительно не более 0,06 вес.% (в расчете на полный вес (с.в.) обогащенной 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовой композиции).

В одном варианте осуществления, предпочтительном согласно изобретению, обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция согласно изобретению не содержит маннита.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция согласно изобретению содержит от 0,01 до 0,4 вес.% сорбита, предпочтительно от 0,01 до 0,2 вес.%, предпочтительно от 0,01 до 0,1 вес.%, предпочтительно от 0,01 до 0,04 вес.%, предпочтительно от 0,02 до 0,4 вес.%, предпочтительно от 0,02 до 0,02 вес.%, предпочтительно от 0,02 до 0,1 вес.%, или предпочтительно от 0,02 до 0,04 вес.%, предпочтительно не более 0,4 вес.% сорбита, предпочтительно не более 0,2 вес.%, предпочтительно не более 0,1 вес.%, или предпочтительно не более 0,04 вес.% (в расчете на полный вес (с.в.) обогащенной 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовой композиции).

В одном варианте осуществления, предпочтительном согласно изобретению, обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция согласно изобретению не содержит сорбита.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция согласно изобретению содержит от 0,01 до 2 вес.% сахарозы, предпочтительно от 0,01 до 1 вес.%, предпочтительно от 0,01 до 0,6 вес.%, предпочтительно от 0,01 до 0,4 вес.%, или предпочтительно от 0,01 до 0,1 вес.%, предпочтительно не более 2 вес.% сахарозы, предпочтительно не более 1 вес.%, предпочтительно не более 0,6 вес.%, предпочтительно не более 0,4 вес.%, или предпочтительно не более 0,1 вес.% (в расчете на полный вес (с.в.) обогащенной 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовой композиции).

В одном варианте осуществления, предпочтительном согласно изобретению, обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция согласно изобретению не содержит сахарозы.

В одном предпочтительном варианте осуществления обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция согласно изобретению содержит от 0,1 до 10 вес.% 1,1-GPS, предпочтительно от 0,1 до 8 вес.%, предпочтительно от 0,1 до 6 вес.%, предпочтительно от 0,1 до 4 вес.%, предпочтительно от 0,1 до 2 вес.%, предпочтительно от 0,1 до 1 вес.%, предпочтительно от 0,1 до 0,6 вес.%, предпочтительно от 0,1 до 0,4 вес.%, предпочтительно от 0,1 до 0,2 вес.%, предпочтительно от 0,2 до 10 вес.%, предпочтительно от 0,2 до 8 вес.%, предпочтительно от 0,2 до 6 вес.%, предпочтительно от 0,2 до 4 вес.%, предпочтительно от 0,2 до 2 вес.%, предпочтительно от 0,2 до 1 вес.%,

предпочтительно от 0,2 до 0,6 вес.%, или предпочтительно от 0,2 до 0,4 вес.%, предпочтительно не более 10 вес.% 1,1-GPS, предпочтительно не более 8 вес.%, предпочтительно не более 6 вес.%, предпочтительно не более 4 вес.%, предпочтительно не более 2 вес.%, предпочтительно не более 1 вес.%, предпочтительно не более 0,6 вес.%, предпочтительно не более 0,4 вес.%, или предпочтительно не более 0,2 вес.% (в расчете на полный вес (с.в.) обогащенной 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовой композиции).

В одном варианте осуществления, особенно предпочтительном согласно изобретению, обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция согласно изобретению не содержит 1,1-GPS.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция согласно изобретению содержит от 0,01 до 2 вес.% гликозилглицитола, предпочтительно от 0,01 до 1 вес.%, предпочтительно от 0,01 до 0,6 вес.%, предпочтительно от 0,01 до 0,4 вес.%, предпочтительно от 0,01 до 0,1 вес.%, предпочтительно от 0,03 до 2 вес.%, предпочтительно от 0,03 до 1 вес.%, предпочтительно от 0,03 до 0,6 вес.%, предпочтительно от 0,03 до 0,4 вес.%, предпочтительно от 0,03 до 0,1 вес.%, или предпочтительно от 0,03 до 0,1 вес.%, предпочтительно не более 2 вес.% гликозилглицитола, предпочтительно не более 0,6 вес.%, предпочтительно не более 0,4 вес.%, или предпочтительно не более 0,1 вес.% (в расчете на полный вес (с.в.) обогащенной 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовой композиции).

В одном варианте осуществления, предпочтительном согласно изобретению, обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция согласно изобретению не содержит гликозилглицитола.

В одном предпочтительном варианте осуществления обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция согласно изобретению содержит от 0,01 до 2 вес.% дезокси-дисахаридных спиртов, предпочтительно от 0,01 до 1 вес.%, предпочтительно от 0,01 до 0,6 вес.%, предпочтительно от 0,01 до 0,2 вес.%, предпочтительно от 0,01 до 0,1 вес.%, предпочтительно от 0,03 до 2 вес.%, предпочтительно от 0,03 до 1 вес.%, предпочтительно от 0,03 до 0,6 вес.%, предпочтительно от 0,03 до 0,2 вес.%, или предпочтительно от 0,03 до 0,1 вес.%, предпочтительно не более 2 вес.% дезокси-дисахаридных спиртов, предпочтительно не более 1 вес.%, предпочтительно не более 0,6 вес.%, предпочтительно не более 0,2 вес.%, или предпочтительно не более 0,1 вес.% (в расчете на полный вес (с.в.) обогащенной 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовой композиции).

В одном варианте осуществления, особенно предпочтительном согласно изобретению, обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция согласно изобретению не содержит дезокси-дисахаридных спиртов.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция согласно изобретению содержит от 0,01 до 2 вес.% GPI, предпочтительно от 0,01 до 1 вес.%, предпочтительно от 0,01 до 0,6 вес.%, предпочтительно от 0,01 до 0,4 вес.%, или предпочтительно от 0,01 до 0,1 вес.%,

предпочтительно не более 2 вес.% GPI, предпочтительно не более 1 вес.%, предпочтительно не более 0,6 вес.%, предпочтительно не более 0,4 вес.%, или предпочтительно не более 0,1 вес.% (в расчете на полный вес (с.в.) обогащенной 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовой композиции).

В одном предпочтительном варианте осуществления обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция согласно изобретению не содержит GPI.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция согласно изобретению содержит от 0,01 до 2 вес.% изомальтозы, предпочтительно от 0,01 до 1 вес.%, предпочтительно от 0,01 до 0,6 вес.%, предпочтительно от 0,01 до 0,4 вес.%, или предпочтительно от 0,01 до 0,1 вес.%, предпочтительно не более 2 вес.% изомальтозы, предпочтительно не более 1 вес.%, предпочтительно не более 0,6 вес.%, предпочтительно не более 0,4 вес.%, или предпочтительно не более 0,1 вес.% (в расчете на полный вес (с.в.) обогащенной 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовой композиции).

В одном предпочтительном варианте осуществления обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция согласно изобретению не содержит изомальтозы.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция согласно изобретению содержит от 0,01 до 2 вес.% изомелезитозы, предпочтительно от 0,01 до 1 вес.%, предпочтительно от 0,01 до 0,6 вес.%, предпочтительно от 0,01 до 0,4 вес.% или предпочтительно от 0,01 до 0,1 вес.%, предпочтительно не более 2 вес.% изомелезитозы, предпочтительно не более 1 вес.%, предпочтительно не более 0,6 вес.%, предпочтительно не более 0,4 вес.%, или предпочтительно не более 0,1 вес.% (в расчете на полный вес (с.в.) обогащенной 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовой композиция).

В одном предпочтительном варианте осуществления обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция согласно изобретению не содержит изомелезитозы.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция согласно изобретению имеет распределение частиц по размерам, в котором по меньшей мере 90% частиц имеют размер, в частности, диаметр, от 100 до 1000 мкм, предпочтительно от 100 до 800 мкм, предпочтительно от 100 до 200 мкм, предпочтительно от 100 до 500 мкм, предпочтительно от 200 до 800 мкм, предпочтительно от 300 до 600 мкм, предпочтительно от 20 до 80 мкм, предпочтительно от 40 до 80 мкм или предпочтительно от 50 до 100 мкм.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция согласно изобретению имеет распределение частиц по размерам, в котором по меньшей мере 90% частиц имеют размер, в частности, диаметр, не более 1000 мкм, предпочтительно не более 800 мкм, предпочтительно не более 600 мкм, предпочтительно не более 500 мкм, предпочтительно не более 400 мкм, предпочтительно не более 200 мкм, предпочтительно не более 100 мкм,

предпочтительно не более 80 мкм, предпочтительно не более 40 мкм, предпочтительно не более 20 мкм.

В следующем аспекте настоящее изобретение относится также к применению обогащенных 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовых композиций, полученных способом по изобретению, в продуктах для потребления человеком и/или животными. При этом продукт для потребления человеком и/или животными предпочтительно представляет собой продукт питания, вкусовой продукт или фармацевтический продукт.

В одном предпочтительном варианте осуществления изобретения продукт питания или вкусовой продукт представляет собой кондитерское изделие, начинку для кондитерских изделий, мягкую карамель, твердую карамель, помадку, йогурт, выпечку, жевательную резинку, мороженое, молоко, молочный продукт, напиток, фруктовый сок, концентрат фруктового сока, фруктовый наполнитель, повидло, желе или смузи.

В контексте настоящего изобретения под термином "изомальт" или "гидрированная изомальтулоза" предпочтительно понимается смесь, содержащая или состоящая из 1,1-GPM и 1,6-GPS, в частности, смесь, состоящая из или содержащая от 35 до 61 вес.% 1,1-GPM и от 65 до 39 вес.% 1,6-GPS, в частности, эквимольная или почти эквимольная смесь, содержащая или состоящая из 1,1-GPM и 1,6-GPS. Таким образом, под изомальтом также можно понимать смеси, состоящие из или содержащие 1,1-GPM и 1,6-GPS, которые имеют не эквимольное отношение 1,1-GPM к 1,6-GPS, а которые имеют более высокое содержание 1,1-GPM, чем 1,6-GPM, или более высокое содержание 1,6-GPS, чем 1,1-GPM.

В особенно предпочтительном варианте изомальт не содержит никаких других компонентов, кроме двух компонентов: 1,1-GPM и 1,6-GPS.

В особенно предпочтительном варианте осуществления изомальт, помимо двух компонентов 1,1-GPM и 1,6-GPS, содержит еще один или несколько дополнительных компонентов, как, например, маннит, сорбит, сахароза, 1,1-GPS (1-O- α -D-глюкопиранозил-D-сорбит), гликозилглицитол, дезокси-дисахаридные спирты, GPI (глюкопиранозил-идит), изомальтоза, изомальтулоза, изомелезитога, гидрированные или негидрированные олигосахариды, в частности, гидрированные или негидрированные трисахариды, и/или другие вещества.

В контексте настоящего изобретения под выражением "полученная согласно изобретению обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция" предпочтительно понимается изомальт, обогащенный 1,1-GPM и/или 1,6-GPS, то есть, изомальтовая композиция, обогащенная 1,1-GPM, означает композицию, в которой содержание 1,1-GPM выше, чем содержание 1,6-GPS, а изомальтовая композиция, обогащенная 1,6-GPS, означает композицию, в которой содержание 1,6-GPS выше, чем содержание 1,1-GPM.

В контексте настоящего изобретения под выражением "обогащенная 1,1-GPM фаза, полученная согласно изобретению" или "обогащенная 1,1-GPM изомальтовая композиция, полученная согласно изобретению," понимается, в частности, фаза или смесь, в которой содержится по меньшей мере 57 вес.% 1,1-GPM, предпочтительно по меньшей мере 60, в

частности, по меньшей мере 70, в частности, по меньшей мере 80, в частности, по меньшей мере 90, в частности, по меньшей мере 95, в частности, по меньшей мере 98, в частности, по меньшей мере 99 вес.% 1,1-GPM и не более 43 вес.% 1,6-GPS, в частности, не более 40, в частности, не более 30, в частности, не более 20, в частности, не более 10, в частности, не более 5, в частности, не более 2, в частности, не более 1 вес.% 1,6-GPS (в расчете на полный вес сухих веществ имеющегося в фазе или композиции количества 1,6-GPS и 1,1-GPM).

В контексте настоящего изобретения под выражением "обогащенная 1,6-GPS фаза, полученная согласно изобретению" или "обогащенная 1,6-GPS изомальтовая композиция, полученная согласно изобретению," понимается, в частности, фаза или смесь, в которой содержится по меньшей мере 57 вес.% 1,6-GPS, предпочтительно по меньшей мере 60, в частности, по меньшей мере 70, в частности, по меньшей мере 80, в частности, по меньшей мере 90, в частности, по меньшей мере 95, в частности, по меньшей мере 98, в частности, по меньшей мере 99 вес.% 1,6-GPS и не более 43 вес.% 1,1-GPM, в частности, не более 40, в частности, не более 30, в частности, не более 20, в частности, не более 10, в частности, не более 5, в частности, не более 2, в частности, не более 1 вес.% 1,1-GPM (в расчете на полный вес сухих веществ в имеющемся в фазе или композиции количестве 1,6-GPS и 1,1-GPM).

В одном предпочтительном варианте осуществления обогащенная 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовая композиция может также представлять собой фазу, обогащенную 1,1-GPM и/или 1,6-GPS. Обогащенная 1,1-GPM фаза и обогащенная 1,1-GPM изомальтовая композиция, которая была получена в соответствии с изобретением, в частности, в соответствии с этапом е), имеет более высокое содержание 1,1-GPM, чем изомальтсодержащий раствор, использовавшийся для ее получения согласно изобретению, в частности, в соответствии с этапом а). Обогащенная 1,6-GPS фаза и обогащенная 1,6-GPS композиция, которые были получены согласно изобретению, в частности, в соответствии с этапом е), имеет более высокое содержание 1,6-GPS, чем изомальтовый раствор, использовавшийся для ее получения согласно изобретению, в частности, в соответствии с этапом а).

Предпочтительно, содержание 1,1-GPM в фазе или композиции, обогащенной 1,1-GPM, повышается по сравнению с изомальтсодержащим раствором по меньшей мере на 5 вес., по меньшей мере на 10, по меньшей мере на 15, по меньшей мере на 20, по меньшей мере на 30, по меньшей мере на 40, по меньшей мере на 50, по меньшей мере на 60, по меньшей мере на 70, по меньшей мере на 80, по меньшей мере на 90, по меньшей мере на 100, по меньшей мере на 150, в частности, по меньшей мере на 200 вес.% (в расчете на содержание 1,1-GPM в растворе изомальта, подготовленном в соответствии с этапом а)).

Предпочтительно, содержание 1,6-GPS в фазе или композиции, обогащенной 1,6-GPS, повышается по сравнению с изомальтсодержащим раствором по меньшей мере на 5 вес.%, по меньшей мере на 10, по меньшей мере на 15, по меньшей мере на 20, по меньшей мере на 30, по меньшей мере на 40, по меньшей мере на 50, по меньшей мере на

60, по меньшей мере на 70, по меньшей мере на 80, по меньшей мере на 90, по меньшей мере на 100, по меньшей мере на 150, в частности, по меньшей мере на 200 вес.% (в расчете на содержание 1,1-GPM в растворе изомальта, подготовленном в соответствии с этапом а)).

В контексте настоящего изобретения под термином "нуклеация" понимается образование центров (зародышей) кристаллизации, то есть первая отдельная фаза процесса, которая инициирует фазовый переход первого рода. В результате образования зародышей кристаллизации новая фаза, термодинамически стабильная в данных условиях, образуется за счет зародышей в уже имеющейся метастабильной фазе, предпочтительно пересыщенной фазе.

В контексте настоящего изобретения под термином "пересыщенный раствор" или "пересыщенная фаза" понимается метастабильное состояние раствора, в котором содержится большее количество растворенного вещества, чем соответствует растворимости данного вещества при определенной температуре. Такой пересыщенный раствор получают предпочтительно путем медленного охлаждения насыщенного раствора, путем выпаривания части растворителя или путем комбинации охлаждения насыщенного раствора и выпаривания части растворителя, до того, как избыток растворенного вещества выпадет в осадок, в частности, кристаллизуется.

В контексте настоящего изобретения под термином "мгновенное испарение" понимается испарение при быстром сбросе давления, то есть образование пара при снижении давления в реакторе, заполненном жидкостью. Мгновенное испарение приводит к увеличению пересыщения изомальтсодержащего раствора, что в сочетании со сдвиговыми силами, действующими на раствор, приводит к зародышеобразованию. В выпарном аппарате мгновенного испарения при снижении давления в заполненном жидкостью реакторе образуется пар, в частности, из-за того, что жидкость при мгновенном испарении входит в реактор перегретой. Индуцированный таким образом перенос энергии приводит к охлаждению раствора, в частности, пересыщенного раствора, с одновременным увеличением содержания сухого вещества, что приводит к нуклеации. Мгновенное испарение происходит в реакторе, наполненном насыщенной или пересыщенной жидкостью и соответствующей ей паровой фазой, когда давление снижается.

Согласно изобретению, мгновенное испарение может с успехом проводиться в непрерывном или периодическом режиме. При непрерывном мгновенном испарении, предпочтительно проводимом согласно изобретению, в реактор непрерывно подается изомальтсодержащий раствор при одновременном отведении образованной в результате мгновенного испарения, суспензию кристаллизованного сиропа согласно изобретению.

В контексте настоящего изобретения под термином "изотермическая кристаллизация" понимается кристаллизация раствора или суспензии, которую поддерживают при постоянной температуре кристаллизации до тех пор, пока кристаллизация не завершится или пока из раствора или суспензии не закристаллизуется

определенное количество компонента, в частности, обогащенной 1,1-GPM кристаллической фазы или обогащенной 1,6-GPS кристаллической фазы.

В контексте настоящего изобретения под обогащенной 1,1-GPM или обогащенной 1,6-GPS фазой понимается соответственно обогащенная 1,1-GPM или обогащенная 1,6-GPS изомальтовая композиция с аналогичными физическими и химическими свойствами, например, жидкая или кристаллическая фаза. Соответственно, такая фаза содержит по меньшей мере одну изомальтовую композицию, обогащенную 1,1-GPM или обогащенную 1,6-GPS, возможно с одним или несколькими растворителями.

В контексте настоящего изобретения под "многокорпусным испарителем" (multiple-effect evaporator) понимается испаритель, в котором раствор или суспензия кристаллизуются в несколько ступеней при низких температурах. В многокорпусном испарителе раствор за несколько последовательных ступеней доводится до кипения, причем в каждом последующем реакторе давление ниже, чем в предыдущем. По мере снижения давления в каскаде соединенных последовательно реакторов температура кипения растворителя постепенно снижается от одного реактора каскада к следующему.

В контексте настоящего изобретения под термином "кристаллизация охлаждением" понимается кристаллизация вещества из раствора или суспензии в результате снижения температуры до тех пор, пока кристаллизация не завершится или пока из раствора или суспензии не будет закристаллизовано определенное количество компонента, в частности, обогащенной 1,1-GPM кристаллической фазы или обогащенной 1,6-GPS кристаллической фазы.

В контексте настоящего изобретения под термином "многоступенчатая испарительная кристаллизация" понимается обогащение кристаллической фазы путем кристаллизации в нескольких реакторах с разными уровнями давления и/или температуры.

В контексте настоящего изобретения под "фазой" понимается связная или несвязная объемная часть суспензии, которая имеет по существу одинаковые свойства материала. Таким образом, жидкая фаза представляет собой часть суспензии, которая характеризуется своим жидким агрегатным состоянием. Кристаллическая фаза представляет собой часть суспензии, которая характеризуется своим кристаллическим и, следовательно, твердым агрегатным состоянием.

В контексте настоящего изобретения под "кристаллической фазой", соответственно "жидкой фазой" понимается фаза, которая образуется в ходе процесса в соответствии с этапами b) и c).

В контексте настоящего изобретения под "пониженным или уменьшенным" абсолютным давлением понимается абсолютное давление, которое ниже абсолютного давления среды, в частности, ниже атмосферного давления, равного 1 бар.

В контексте настоящего изобретения, если не указано и/или с очевидностью не следует иное, сумма процентных содержаний отдельных компонентов, указанных для композиции, дает 100 вес.%, то есть полный состав.

В контексте настоящего изобретения термин "и/или" понимается так, что все члены группы, объединенные термином "и/или", представлены как суммарно по отношению друг к другу в любой комбинации, так и альтернативно по отношению друг к другу. В качестве примера, выражение "А, В и/или С" включает в себя следующее: i) (А или В или С), или ii) (А и В), или iii) (А и С), или iv) (В и С), или v) (А и В и С).

В контексте настоящего изобретения под "сдвигом" понимается механическое перемешивание, по есть, предпочтительно, перемещение, в частности, размешивание.

В контексте настоящего изобретения под "мешалкой" понимается, в частности, система "ротор-статор".

В контексте настоящего изобретения под системой "ротор-статор" понимается, в частности, гомогенизатор.

В контексте настоящего изобретения под "ротором" понимается вращающаяся часть гомогенизатора, в частности, при наличии статора.

В контексте настоящего изобретения под "статором" понимается неподвижная часть гомогенизатора, в частности, при наличии ротора.

В контексте настоящего изобретения ротор представляет собой пропеллерную мешалку, которая находится в статоре как центральной трубе и может вращаться в центральной трубе.

В контексте настоящего изобретения под "лопаткой ротора прямоугольной формы" понимается лопатка ротора, которая имеет постоянную глубину лопатки.

В контексте настоящего изобретения под "лопаткой ротора трапециевидальной формы" понимается лопатка ротора, у которой глубина уменьшается по длине.

В контексте настоящего изобретения под "лопаткой ротора в форме двойной трапеции" понимается лопатка ротора, глубина которой сначала увеличивается, а затем уменьшается по ее длине.

В контексте настоящего изобретения под "лопаткой ротора в форме двойной трапеции" понимается лопатка ротора, глубина которой сначала не меняется по длине, а затем уменьшается.

В контексте настоящего изобретения под "кристаллом" понимается твердое тело с элементарными "кирпичиками", в частности молекулами, регулярно расположенными в кристаллической структуре.

В контексте настоящего изобретения под "реактором" понимается емкость, в частности, резервуар, в частности, камера созревания, в котором особенно предпочтительно выполняются этап b) и/или этап с) способа.

В контексте настоящего изобретения под "испарением" понимается переход жидкости или смеси жидкостей в газообразное агрегатное состояние.

В контексте настоящего изобретения под "обратным осмосом" понимается инверсный принцип осмоса, при этом осмос описывает процесс выравнивания концентраций двух жидкостей благодаря полупроницаемой мембране. Обратный осмос особенно предпочтительно происходит при давлении выше атмосферного. В результате

растворенное вещество, в частности изомальт, остается в исходном растворе или суспензии, а растворитель, в частности, вода, удаляется через проницаемую для растворителя, в частности водопроницаемую, мембрану.

В контексте настоящего изобретения под "затравливанием" понимается добавление затравочных кристаллов в затравливаемый раствор или суспензию.

В контексте настоящего изобретения под "скоростью вершины крыла" понимается также скорость законцовки лопатки ротора, которая измеряется на вершине, то есть на внешнем конце лопатки ротора.

В контексте настоящего изобретения отношение длины кристаллов к ширине определяется в соответствии с методикой, определенной в примере 2.

Другие предпочтительные варианты осуществления изобретения выявляются из зависимых пунктов формулы изобретения.

Изобретение поясняется более подробно с использованием примеров осуществления и сравнительных примеров, а также относящихся к ним фигур.

На фигурах показано:

фигура 1: диаграмма растворимости по Шивеку (H. Schiweck, *alimenta* 19, Palatinit® - Получение, технологические свойства и анализ пищевых продуктов, содержащих палатинит, 5-16, 1980) для 1,1-GPM (GPM, 3), 1,6-GPS (GPS, 2) и изомальта (изомальт, 1) в воде, на которой показаны пределы растворимости вышеуказанных компонентов в зависимости от температуры,

фигуры 2A-2D: микроснимки продуктов кристаллизации по примеру 2.1 (увеличение x4),

фигуры 3A-3D: микроснимки продуктов кристаллизации по примеру 2.1 (увеличение x10),

фигура 4A-4D: микроснимки продуктов кристаллизации по примеру 2.2 (увеличение x10 и x20),

фигуры 5A-5F: микроснимки продуктов кристаллизации по примеру 2.3 (увеличение x4 и x10),

фигуры 6A-6F: микроснимки продуктов кристаллизации по примеру 2.4 (увеличение x4 и x10),

Пример 1:

Разделение изомальта (гидрированной изомальтулозы) на обогащенные 1,1-GPM и 1,6-GPS изомальтовые композиции путем мгновенного испарения на этапе b) и последующей изотермической кристаллизации на этапе с).

Два основных компонента изомальта, а именно 1,1-GPM и 1,6-GPS, имеют разные произведения растворимости в водных растворах (фигура 1). В суспензии каждый компонент имеет собственное равновесие растворимости. В твердой части суспензии (кристаллическая фаза) происходит обогащение легко кристаллизующимся, соответственно плохо растворимым компонентом 1,1-GPM, поскольку хуже кристаллизующийся, соответственно лучше растворимый компонент 1,6-GPS

предпочтительно переходит в раствор или остается в растворе. Образующиеся равновесия при одной и той же концентрации суспензии изомальта в воде зависят от температуры. При одинаковой температуре доля 1,6-GPS в растворе увеличивается по мере увеличения сухих веществ (с.в.) в суспензии. Диаграмма растворимости 1,1-GPM, 1,6-GPS и изомальта (фигура 1) показывает постоянное увеличение растворимости отдельных компонентов с повышением температуры. Настоящее изобретение использует результаты этих наблюдений. Содержащий изомальт раствор, полученный на обычных этапах процесса, термически загущают на этапе a1) до содержания сухого вещества от 70 до 85 вес.%. Полученный в результате и предоставленный на этап a) изомальтсодержащий раствор (содержание изомальта от 70 до 85 вес.% от полного веса раствора) с содержанием 1,1-GPM от 35 до 44 вес.%, конкретно 40,7 вес.%, и содержанием 1,6-GPS от 56 до 65 вес.%, конкретно 58,4 вес.%, а также содержащий от 0,01 до 2 вес.% GPI, от 0,01 до 2 вес.% гликозилглицитола, от 0,01 до 0,4 вес.% сорбита, от 0,001 до 2 вес.% дезокси-дисахаридных спиртов, от 0,1 до 10 вес.% 1,1-GPS и/или от 0,01 до 0,3 вес.% маннита (всегда в расчете на полный вес сухих веществ изомальтсодержащего раствора) доводят затем до температуры 60-75°C и затем в соответствии с этапом b) способа по изобретению для образования зародышей кристаллизации подвергают мгновенному испарению в так называемом нуклеаторе. После доведения температуры изомальтсодержащего раствора до 60°C-75°C мгновенное испарение проводят при абсолютном давлении от 50 до 200 мбар, в частности, от 90 до 100 мбар, и температуре от 50°C до 55°C. Благодаря пониженному абсолютному давлению повышается давление пара, и индуцированный отвод энергии приводит к тому, что 1,1-GPM, хуже растворяющийся в воде, чем 1,6-GPS (смотри растворимость по Шивеку, фигура 1), в соответствии с его термодинамическим произведением растворимости переходит в первую кристаллическую фазу (изначально около 5% находящегося в исходном растворе 1,1-GPM). Благодаря геометрии мешалки, используемой в реакторе, и непрерывно создаваемым сдвиговым усилиям, непрерывно образуются дополнительные зародыши кристаллов, обогащенные 1,1-GPM.

По истечении времени пребывания до 5 часов около 25 вес.% 1,1-GPM, первоначально присутствующего в исходном растворе, перешло в первую кристаллическую фазу, при этом первая жидкая фаза, полученная после осуществления процесса нуклеации в соответствии с этапом b), содержит 31 вес.% 1,1-GPM и 68 вес.% 1,6-GPS (в расчете на полный вес находящихся в растворе сухих веществ). Полученная после этапа b) первая изомальтсодержащая суспензия, содержащая полученные на этапе b) зародыши кристаллов, обогащенные 1,1-GPM, непрерывно подвергаются процессу кристаллизации в соответствии с этапом c), проводимом в кристаллизаторе с регулируемой температурой. При этом обогащенные 1,1-GPM зародыши кристаллов растут в изотермических условиях в диапазоне температур от 50°C до 60°C, в частности, 56°C, с образованием кристаллов до тех пор, пока остаточное пересыщение по существу не исчезнет. Поддержание изотермических условий обеспечивается непрерывным отводом выделяющейся энергии кристаллизации. За счет медленного постепенного

снижения температуры камер созревания (кристаллизатора) (не более 0,5 К/ч, в частности, не более 0,1 К/ч) до 55°C выход обогащенных 1,1-GPM кристаллов дополнительно повышается, при этом без негативного влияния на чистоту этих кристаллов. Полученную в результате вторую суспензию можно обработать в соответствии с этапом d) с использованием подходящих методов разделения (например, центрифугирования), при этом полученная вторая кристаллическая фаза содержит 69,9 вес.% 1,1-GPM и 29,8 вес.% 1,6-GPS (в расчете на полный вес сухих веществ второй кристаллической фазы), а отделенная вторая жидкая фаза содержит 20,2 вес.% 1,1-GPM и 78,6 вес.% 1,6-GPS (в расчете на полный вес сухих веществ второй жидкой фазы).

Пример 2

В следующем примере способ согласно изобретению (пример 2.1) сравнивается с известными способами кристаллизации (примеры 2.2-2.4).

Опыты проводились в двухлитровом аппарате для кристаллизации охлаждением. Он оснащен мешалкой и двойной рубашкой для нагрева посредством термостата. Разделение взвеси кристаллов происходило в нагретом напорном нутче или в пилотной центрифуге. Для анализа снимков кристаллов в суспензии кристаллов использовался микроскоп. Для анализа изображений применялась компьютерная программа Olympus Stream Motion.

Полученные в экспериментах обогащенные фазы анализировали следующим образом:

- анализ влагосодержания в фильтровальном остатке (вторая кристаллическая фаза) методом Карла Фишера
- анализ влагосодержания в фильтрате (вторая жидкая фаза) методом рефрактометрии
- анализ содержания 1,1-GPM и содержания 1,6-GPS методом ВЭЖХ
- анализ отношения длины к ширине:

С помощью камеры (Olympus UC 90) и соответствующего программного обеспечения от Olympus, а также микроскопа от Zeiss (Carl Zeiss Axiolab re) были сделаны микроснимки кристаллов диспергированной в глицерине второй изомальтсодержащей суспензии (взвеси) при увеличении 4x и 10x. По меньшей мере двадцать отдельных кристаллов, выбранных генератором случайных чисел на каждом снимке кристаллов, анализировались с помощью программы анализа изображений Olympus Stream Motion в отношении длины и ширины кристаллов (максимальная характерная длина кристалла и, под углом 90° к ней, максимальная характерная ширина кристалла) и рассчитывалось отношение измеренной длины к измеренной ширине, а из этого также среднее или медианное значение. В качестве генератора случайных чисел предпочтительно использовалась проведенная через микроснимок кристалла (изображение кристалла) диагональная линия, и все кристаллы на этой диагональной линии, позволяющие четко разграничить и определить длину и ширину кристалла, использовались для определения отношения длины к ширине, при этом на линии должно быть различимо не менее

двадцати кристаллов. В противном случае делался и использовался другой микроснимок.

В следующей таблице 1 приведены содержания 1,1-GPM и 1,6-GPS использовавшихся в этом примере изомальтовых растворов в расчете на сухое вещество (с.в.) и общую массу раствора изомальта).

Таблица 1. Анализ исходного раствора изомальта

	содержание 1,1-GPM, г/100Г _{с.в.}	содержание 1,6-GPS, г/100Г _{с.в.}	содержание 1,1-GPM, г/100г	содержание 1,6-GPS, г/100г
пример 2-1	40,40	57,39	31,4	44,6
пример 2-2	46,08	51,39	22,6	25,2
пример 2-3	46,63	51,00	36,2	39,6
пример 2-4	46,66	51,30	36,2	39,8

Пример 2.1 (согласно изобретению)

Часть второй суспензии (взвеси), полученной в соответствии с указаниями примера 1, отбирали из кристаллизатора перед центрифугированием в соответствии с этапом d), разбавляли глицерином и делали снимки кристаллов. Кроме того, отделение твердой фазы от жидкой в соответствии с этапом d) проводили в центрифуге со скоростью 1800 оборотов в минуту в течение 30 минут.

На фигурах 2А-2D показаны изображения кристаллов в полученной взвеси, диспергированной в глицерине, при увеличении x4, а на фигурах 3А-3D показаны изображения кристаллов в полученной взвеси, диспергированной в глицерине, при увеличении x10.

Отношение длины к ширине кристаллов, полученных во взвеси и во второй кристаллической фазе, образованной на этапе d), составляло 8,0 (среднее значение) и 7,8 (медианное значение).

В следующей таблице 2 приведен состав фаз, полученных после разделения (фильтровальный остаток представляет собой твердую кристаллическую фазу, а фильтрат жидкую фазу).

Таблица 2. Анализ обогащенных фаз, в расчете на общий вес

	фильтровальный остаток	фильтрат
содержание воды, г/100г	16,1	25,9
содержание 1,1-GPM, г/100г	55,2	15,3
содержание 1,6-GPS, г/100г	29,4	56,8
отношение 1,1-GPM к 1,6-GPS, г/г	1,88	0,27
содержание 1,1-GPM, г/100Г _{с.в.}	65,8	20,6
содержание 1,6-GPS, г/100Г _{с.в.}	35,0	76,6

Кристаллы, полученные в твердой фазе, отличаются особой чистотой и высокой степенью однородности формы и размеров. Кристаллическая суспензия после завершения кристаллизации не демонстрирует образования мелких зерен на изображении кристалла. Отношение длины к ширине кристаллов, содержащихся во второй кристаллической фазе, полученной на этапе d), сравнительно невелико. Отделение второй кристаллической фазы, полученной посредством центрифугирования, проходило без каких-либо проблем и весьма удовлетворительным образом, что особенно проявляется в частности, в обогащении 1,1-GPM кристаллической фазы после центрифугирования. Фильтрат, обогащенный 1,6-GPS, то есть вторая жидкая фаза, обогащенная 1,6-GPS, очень хорошо стекает из осадка на фильтре. Было обнаружено, что полученная вторая кристаллическая фаза в соответствии с изобретением обогащена 1,1-GPM и обеднена 1,6-GPS, в то время как полученная обогащенная 1,6-GPS вторая жидкая фаза обогащена 1,6-GPS и обеднена 1,1-GPM по сравнению с исходной композицией.

Пример 2.2 (не по изобретению)

В заявке WO 1997/008958 A1 раскрывается способ получения смесей, обогащенных 1,6-GPS и обогащенных 1,1-GPM. В примере 2 этого документа описывается получение обогащенных 1,1-GPM и 1,6-GPS смесей 1,1-GPM/1,6-GPS, при этом изомальт добавляется к 5 кг воды (деминерализованной), и полученную суспензию перемешивают при 35°C в течение 1-20 часов в зависимости от размера зерен. Затем эту суспензию при 35°C разделяют на жидкую фазу и твердую фазу в нагретом напорном нутче.

Методика эксперимента:

1. Включить термостат для нагрева 2-литрового кристаллизатора, установить начальную температуру на 35,3°C. Контроль температуры посредством внутреннего температурного датчика термостата
2. Добавить 999,79 г деминерализованной воды в 2-литровый кристаллизатор
3. Включить мешалку и установить скорость вращения на 60 об/мин
4. Подогреть воду до 35°C
5. Добавить 999,96 г изомальта ST-M в 2-литровый кристаллизатор
6. Через 19,5 часов после добавления изомальта: подогреть напорный фильтр с двойной рубашкой до 35°C с помощью термостата
7. Через 20 часов после добавления изомальта: извлечь полученную кристаллическую суспензию (взвесь) из кристаллизатора
8. Разбавить часть взвеси деминерализованной водой (один к одному) для анализа
9. Диспергировать часть взвеси в глицерине для получения снимков кристаллов в суспензии
10. Перевести 200 мл взвеси в заранее нагретый напорный нутч и разделить кристаллы и маточный раствор. В качестве фильтра используется фильтровальное полотно из полиэтилена фирмы Porvair Sciences, тип Vuon D, с размером ячеек 15-25 мкм.
11. Разбавить собранный фильтрат деминерализованной водой (один к одному) для

анализа

12 Отобрать кристаллы из напорного нутча для анализа

Результаты экспериментов:

В соответствии с примером 2 документа WO 1997/008958 A1 в качестве исходного материала для искомого обогащения и последующего разделения обогащенных твердой и жидкой фаз использовался не изомальтсодержащий раствор, а суспензия изомальта в воде. Поэтому в рамках этого способа в течение примерно 20-часовой выдержке при 35°C не происходит никакой кристаллизации компонентов изомальта из раствора, а происходит только частичное размягчение и растворение нерастворенных компонентов изомальта из твердой фазы суспензии в жидкую фазу и наоборот.

На фигурах 4A и 4B показаны снимки полученной взвеси, диспергированной в глицерине, при увеличении $\times 10$, а на фигурах 4C и 4D показаны снимки полученной взвеси, диспергированной в глицерине, при увеличении $\times 20$.

Несмотря на выбранное увеличение, обеспечивающее высокое разрешение, отдельных кристаллов не видно, а видны только частично растворенные чешуйчатые частицы, что можно объяснить полуаморфной затвердевшей структурой частиц изомальта, использовавшихся в исходной суспензии, которые представляют собой конгломераты мелких кристаллитов 1,1-GPM и 1,6-GPS. Они возникают не в процессе кристаллизации, а в процессе сушки, и поэтому не имеют кристаллических форм, какие можно было бы ожидать при классической кристаллизации. Реализованный в этом сравнительном примере механизм обогащения базируется на переходе в раствор лучше растворимого компонента 1,6-GPS из твердого вещества, содержащего 1,1-GPM и 1,6-GPS, и поэтому не соответствует обогащению согласно изобретению путем кристаллизации из раствора, содержащего 1,1-GPM и 1,6-GPS.

В следующей таблице 3 приведено содержание 1,1-GPM и 1,6-GPS в фазах, полученных после разделения.

Таблица 3. Анализ обогащенных фаз (фильтровальный остаток представляет собой твердую кристаллическую фазу, а фильтрат жидкую фазу), в расчете на общий вес

	фильтровальный остаток	фильтрат
содержание воды, г/100г	21,2	55,4
содержание 1,1-GPM, г/100г	69,0	15,1
содержание 1,6-GPS, г/100г	9,6	28,0
отношение 1,1-GPM к 1,6-GPS, г/г	7,22	0,54
содержание 1,1-GPM, г/100г _{с.в.}	87,6	33,9
содержание 1,6-GPS, г/100г _{с.в.}	12,1	62,8

Пример 2.3 (не по изобретению)

В EP 0859006 B2 описан способ получения смесей, обогащенных 1,6-GPS и

обогащенных 1,1-GPM. В примере 1 этого документа описано получение обогащенных 1,1-GPM и 1,6-GPS смесей 1,1-GPM/1,6-GPS с использованием этапа затравки и двух разных скоростей охлаждения при кристаллизации.

Методика эксперимента:

1. Включить термостат для нагрева 2-литрового кристаллизатора и установить начальную температуру на 85°C.

2. Добавить 649,91 г деминерализованной воды в 2-литровый кристаллизатор

3. Включить мешалку и установить скорость вращения на 100 об/мин

4. Подогреть воду до 85°C

5. Добавить 2453,2 г изомальта ST-M в 2-литровый кристаллизатор

6. Запустить программу охлаждения:

a/ поддерживать температуру 85°C в течение 2 часов - контроль температуры посредством внешнего PT100 в кристаллизаторе - скорость вращения мешалки 100 оборотов в минуту

b/ охладить с 85°C до 65°C в течение 2 часов - контроль температуры посредством внутреннего PT100 в термостате - скорость вращения мешалки 60 оборотов в минуту

c/ охладить с 65°C до 37°C в течение 23,3 часов - контроль температуры посредством внутреннего PT100 в термостате - скорость вращения мешалки 60 оборотов в минуту

7. После достижения 62°C: добавить в раствор с помощью шприца 0,5 г изомальта ST-PF в 4,95 г изопропанола

8. После достижения 37°C: извлечь взвесь из кристаллизатора

9. Разбавить часть взвеси деминерализованной водой (один к одному) для анализа

10. Диспергировать часть взвеси в глицерине для получения снимков кристаллов в суспензии

11. Перевести 604 г взвеси в центрифугу и разделить кристаллы и маточный раствор. В качестве сита используется фильтровальное полотно из полиэтилена фирмы Porvair Sciences, тип Vuon D, с размером ячеек 15-25 мкм. Скорость вращения центрифуги 1800 об/мин. Продолжительность центрифугирования 30 минут. Без пробелки водой

12. Разбавить собранный слив деминерализованной водой (один к одному) для анализа

13. Извлечь кристаллы из центрифуги для анализа

Разделение в центрифуге не удалось провести удовлетворительно. Масса слива была небольшой. Фильтровальный осадок имел высокий уровень остаточной влаги, который был хорошо виден.

На фигурах 5A, 5B и 5C показаны изображения кристаллов, взвесь, диспергированная в глицерине, при увеличении $\times 4$, а на фигурах 5D, 5E и 5F показаны изображения кристаллов, взвесь, диспергированная в глицерине, при увеличении $\times 10$.

Отношение длины к ширине кристаллов во взвеси равно 11,2 (среднее значение) и 11,1 (медианное значение).

В следующей таблице 4 приведены содержания 1,1-GPM и 1,6-GPS в фазах, полученных после разделения.

Таблица 4. Анализ обогащенных фаз (фильтровальный остаток представляет собой твердую кристаллическую фазу, а фильтрат жидкую фазу), в расчете на общий вес

	фильтровальный остаток	фильтрат
содержание воды, г/100г	19,0	30,2
содержание 1,1-GPM, г/100г	42,9	11,3
содержание 1,6-GPS, г/100г	35,6	56,0
отношение 1,1-GPM к 1,6-GPS, г/г	1,21	0,20
содержание 1,1-GPM, г/100г _{с.в.}	53,0	16,3
содержание 1,6-GPS, г/100г _{с.в.}	44,0	80,3

Из изображений кристаллов четко видно, что после завершения кристаллизации в суспензии кристаллов происходит значительное образование мелких зерен. Отношение длины кристаллов к ширине является сравнительно большим. Отделение кристаллической фазы центрифугированием не представляется удовлетворительным. Обогащение 1,1-GPM кристаллической фазы, полученной после центрифугирования, минимально, и содержания 1,1-GPM и 1,6-GPS в фильтровальном остатке примерно соответствуют составу исходного раствора. Фильтрат, обогащенный 1,6-GPS, стекает с фильтровального остатка очень слабо.

Пример 2.4 (не по изобретению)

В документе US 6414138 B1 также описаны способы получения смесей, обогащенных 1,6-GPS и 1,1-GPM. В примере 1 этого документа описывается получение обогащенных 1,1-GPM и 1,6-GPS смесей 1,1-GPM/1,6-GPS, как описано в примере 2.3, но с использованием двух разных скоростей охлаждения во время кристаллизации без затравки.

Методика эксперимента:

1. Включить термостат для нагрева 2-литрового кристаллизатора и установить начальную температуру на 85°C.

2. Добавить 627,44 г деминерализованной воды в 2-литровый кристаллизатор

3. Включить мешалку и установить скорость вращения на 100 об/мин

4. Нагреть воду до 85°C

5. Добавить 2372,5 г изомальта ST-F в 2-литровый кристаллизатор

6. Запустить программу охлаждения:

a/ поддерживать температуру 85°C в течение 2 часов - контроль температуры посредством внешнего PT100 в кристаллизаторе - скорость вращения мешалки 100 оборотов в минуту

b/ охладить с 85°C до 65°C в течение 2 часов - контроль температуры посредством

внутреннего РТ100 в термостате - скорость вращения мешалки 60 оборотов в минуту

с/ охладить с 65°C до 37°C в течение 23,3 часов - контроль температуры посредством внутреннего РТ100 в термостате - скорость вращения мешалки 60 оборотов в минуту

7. После достижения 37°C: извлечь взвесь из кристаллизатора

8. Разбавить часть взвеси деминерализованной водой (один к одному) для анализа

9. Диспергировать часть взвеси в глицерине для получения снимков кристаллов в суспензии

На фигурах 6А, 6В и 6С показаны изображения кристаллов, взвесь, диспергированная в глицерине, при увеличении $\times 4$, а на фигурах 6D, 6E и 6F показаны изображения кристаллов, взвесь, диспергированная в глицерине, при увеличении $\times 10$.

Отношение длины к ширине кристаллов во взвеси составило 11,3 (среднее значение) и 10,5 (медианное значение).

Из этих изображений кристаллов также четко видно, что после завершения кристаллизации в суспензии кристаллов происходит значительное образование мелких зерен. Отношение длины кристаллов к ширине является сравнительно большим и сравнимо с таковым в примере 2.3.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения обогащенных 1,1-GPM и/или 1,6-GPS изомальтовых композиций из изомальтсодержащего раствора, отличающийся тем, что

а) подготавливают изомальтсодержащий раствор, причем изомальтсодержащий раствор содержит 65-90 вес.% изомальта (в расчете на полный вес изомальтсодержащего раствора);

б) подготовленный на этапе а) изомальтсодержащий раствор подвергают в реакторе мгновенному испарению для образования центров кристаллизации с получением первой изомальтсодержащей суспензии, содержащей первую кристаллическую фазу и первую жидкую фазу;

с) полученную на этапе б) первую изомальтсодержащую суспензию подвергают процессу кристаллизации, в результате чего получают вторую изомальтсодержащую суспензию, содержащую вторую кристаллическую фазу и вторую жидкую фазу, причем вторая кристаллическая фаза обогащена 1,1-GPM, а вторая жидкая фаза обогащена 1,6-GPS;

д) обогащенную 1,1-GPM вторую кристаллическую фазу второй изомальтсодержащей суспензии с этапа с) отделяют от обогащенной 1,6-GPS второй жидкой фазы; и

е) получают изомальтовые композиции, обогащенные 1,1-GPM и/или 1,6-GPS.

2. Способ по п. 1, причем на этапе б) проводится механическое перемешивание.

3. Способ по любому из предыдущих пунктов, причем подготовленный на этапе а) изомальтсодержащий раствор содержит от 35 до 61 вес.% 1,1-GPM (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) подготовленного изомальтсодержащего раствора).

4. Способ по любому из предыдущих пунктов, причем подготовленный на этапе а) изомальтсодержащий раствор доводят до температуры 50-90°C.

5. Способ по любому из предыдущих пунктов, причем подготовленный на этапе а) изомальтсодержащий раствор содержит 1,1-GPM, 1,6-GPS и по меньшей мере одно вещество, выбранное из группы, состоящей из 1,1-GPS, других дезокси-дисахаридных спиртов, полисахаридов, олигосахаридов, трисахаридов, дисахаридов, моносахаридов, сорбита, маннита и изомелезитозы.

6. Способ по любому из предыдущих пунктов, причем подготавливаемый на этапе а) изомальтсодержащий раствор получают на этапе а1) из исходного изомальтсодержащего раствора или суспензии путем выпаривания или обратного осмоса.

7. Способ по любому из предыдущих пунктов, причем используемый для этапа а1) изомальтсодержащий раствор получают путем селективного гидрирования, в частности, селективного гидрирования 1,6-GPS.

8. Способ по любому из предыдущих пунктов, причем реактор, используемый на этапе б) для мгновенного испарения, представляет собой нуклеатор.

9. Способ по любому из предыдущих пунктов, причем реализуемое на этапе б) мгновенное испарение проводится при абсолютном давлении от 10 до 500 мбар, в

частности, от 50 до 200 мбар, и температуре от 30°C до 70°C, в частности, от 30°C до 60°C.

10. Способ по любому из предыдущих пунктов, причем реализуемое на этапе b) мгновенное испарение осуществляется в течение периода от 2 минут до 12 часов.

11. Способ по любому из предыдущих пунктов, причем мгновенное испарение, реализуемое на этапе b), проводится в непрерывном режиме.

12. Способ по любому из предыдущих пунктов, причем этап b) осуществляют так, чтобы на этапе b) от 20% до 30% имевшегося на этапе a) растворенного 1,1-GPM переходило в первую кристаллическую фазу первой кристаллической изомальтсодержащей суспензии (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) 1,1-GPM в подготовленном на этапе a) растворе).

13. Способ по любому из предыдущих пунктов, причем этап b) выполняется так, чтобы на этапе b) повысить содержание сухих веществ в подготовленном на этапе a) изомальтсодержащем растворе на 1-6 вес.% (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) подготовленного изомальтсодержащего раствора и полученной первой изомальтсодержащей суспензии).

14. Способ по любому из предыдущих пунктов, причем процесс кристаллизации в соответствии с этапом c) проводится в кристаллизаторе.

15. Способ по любому из предыдущих пунктов, причем процесс кристаллизации в соответствии с этапом c) проводится в непрерывном режиме.

16. Способ по любому из предыдущих пунктов, причем процесс кристаллизации в соответствии с этапом c) представляет собой изотермическую кристаллизацию, в частности, при температуре от 50°C до 60°C.

17. Способ по любому из п.п. 1-15, причем процесс кристаллизации на этапе c) представляет собой кристаллизацию охлаждением.

18. Способ по любому из п.п. 1-15, причем процесс кристаллизации в соответствии с этапом c) представляет собой испарительную кристаллизацию, в частности, многоступенчатую испарительную кристаллизацию.

19. Способ по любому из предыдущих пунктов, причем в процессе, в частности, во время изотермической кристаллизации на этапе c), не проводится внесение кристаллической затравки.

20. Способ по любому из предыдущих пунктов, причем после этапа d) обогащенную 1,1-GPM вторую кристаллическую фазу сушат и на этапе e) получают твердую изомальтовую композицию, обогащенную 1,1-GPM.

21. Способ по любому из предыдущих пунктов, причем после этапа d) обогащенную 1,6-GPS вторую жидкую фазу сгущают по меньшей мере один раз, в частности, до содержания сухих веществ не менее 60 вес.% (в расчете на полный вес второй жидкой фазы), и на этапе e) получают жидкую изомальтовую композицию, обогащенную 1,6-GPS.

22. Способ по любому из предыдущих пунктов, причем после этапа d)

обогащенную 1,6-GPS вторую жидкую фазу сушат и на этапе е) получают твердую изомальтовую композицию, обогащенную 1,6-GPS.

23. Способ по любому из предыдущих пунктов, причем отделенная на этапе d) вторая кристаллическая фаза содержит по меньшей мере 60 вес.% 1,1-GPM (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) кристаллической фазы).

24. Способ по любому из предыдущих пунктов, причем отделенная на этапе d) вторая жидкая фаза содержит по меньшей мере 72 вес.% 1,6-GPS (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) второй жидкой фазы).

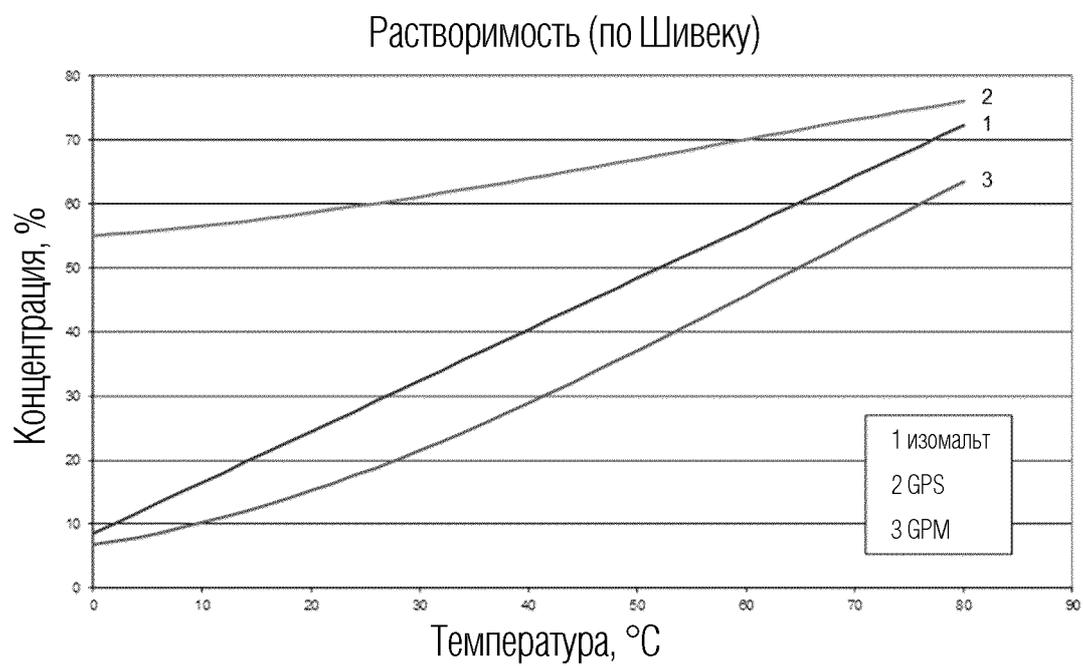
25. Обогащенная 1,1-GPM изомальтовая композиция, которая может быть получена, в частности, способом по любому из п.п. 1-24, причем кристаллы, содержащиеся в обогащенной 1,1-GPM изомальтовой композиции, имеют отношение длины к ширине от 7,0 до 10,5, в частности от 7,5 до 10,0, в частности от 7,5 до 9,0, в частности от 7,5 до 8,5, в частности 8,0 (среднее значение).

26. Обогащенная 1,6-GPS изомальтовая композиция, содержащая от 15 до 32 вес.% 1,1-GPM и от 68 до 85 вес.% 1,6-GPS (в расчете полное количество сухих веществ в 1,1-GPM и 1,6-GPS), в частности, которая может быть получена способом по любому из п.п. 1-24, в частности, с содержанием 1,6-GPS по меньшей мере 68 вес.% (в расчете на полный вес сухих веществ (с.в.) композиции).

27. Применение обогащенной 1,1-GPM или 1,6-GPS изомальтовой композиции, полученной способом по любому из п.п. 1-24, или композиции по любому из п.п. 25 или 26 в продуктах для потребления человеком и/или животными.

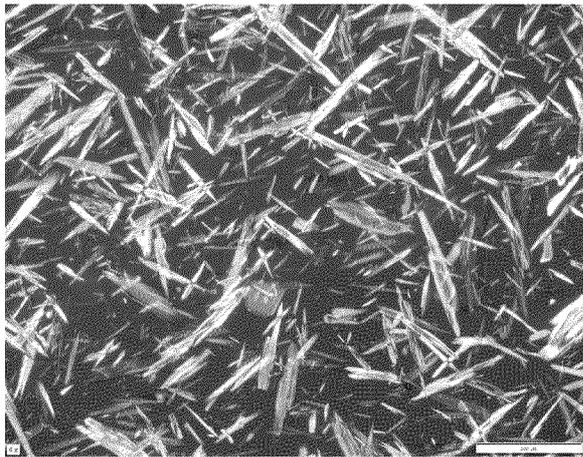
По доверенности

ФИГ. 1

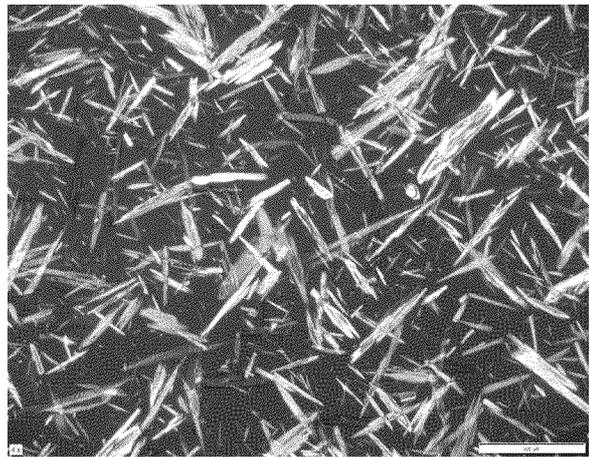


ФИГ. 2

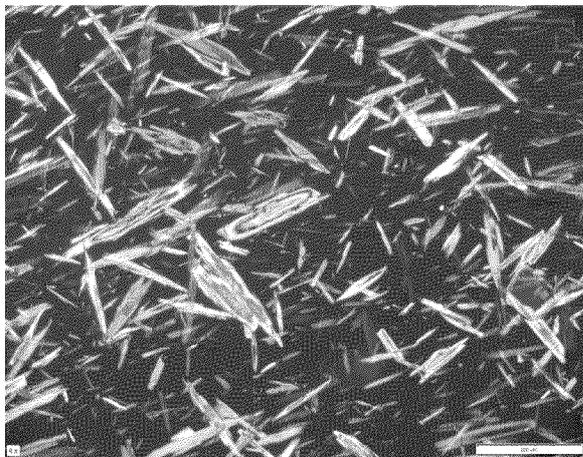
ФИГ. 2А



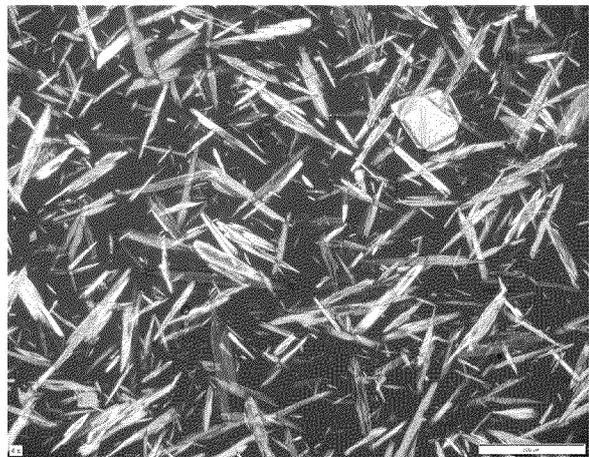
ФИГ. 2В



ФИГ. 2С

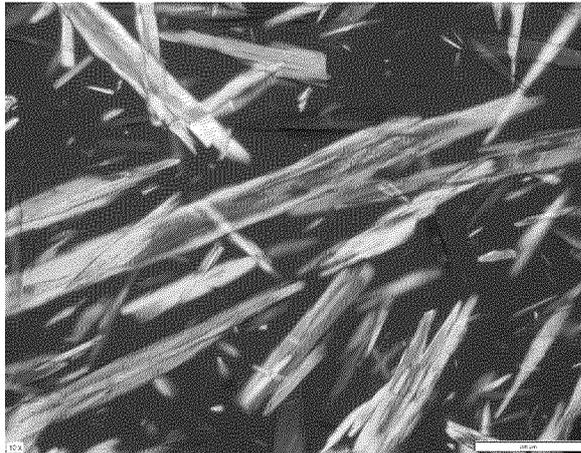


ФИГ. 2D

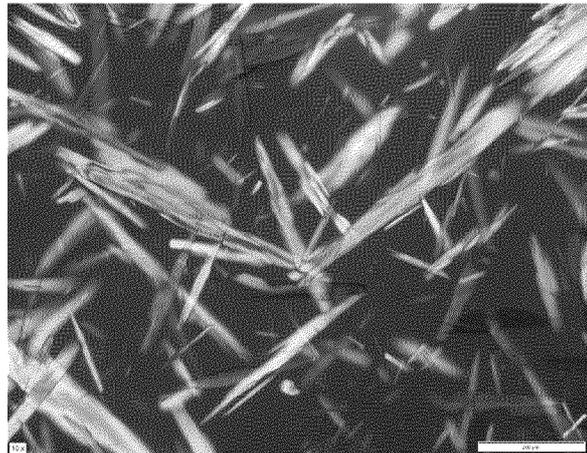


ФИГ. 3

ФИГ. 3А



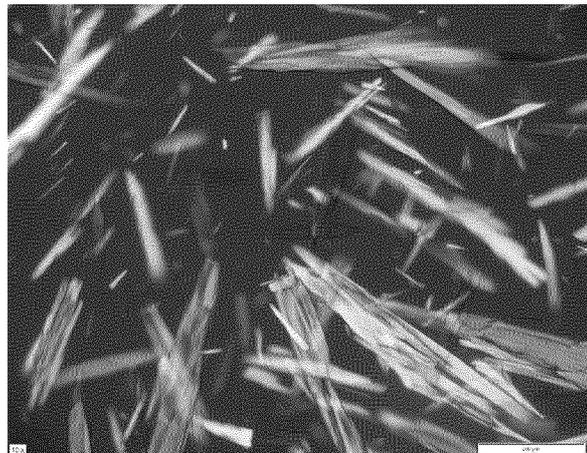
ФИГ. 3В



ФИГ. 3С

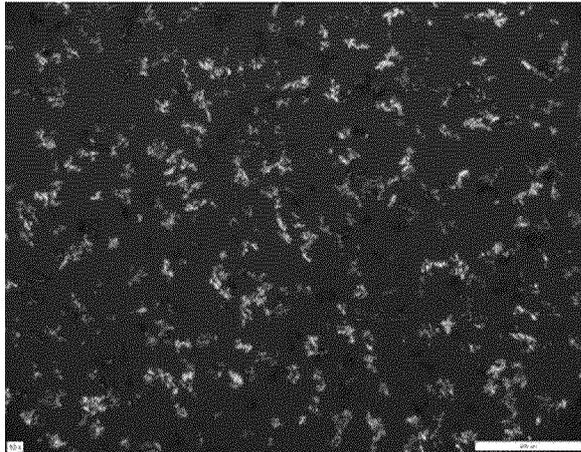


ФИГ. 3D

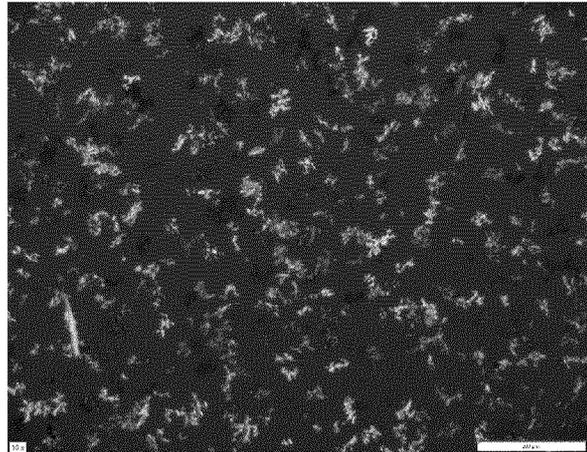


ФИГ. 4

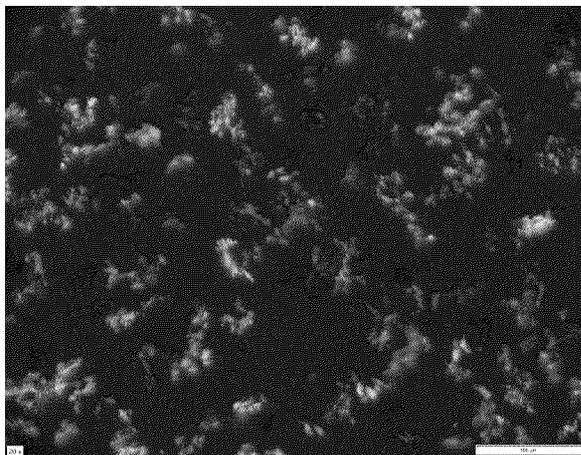
ФИГ. 4А



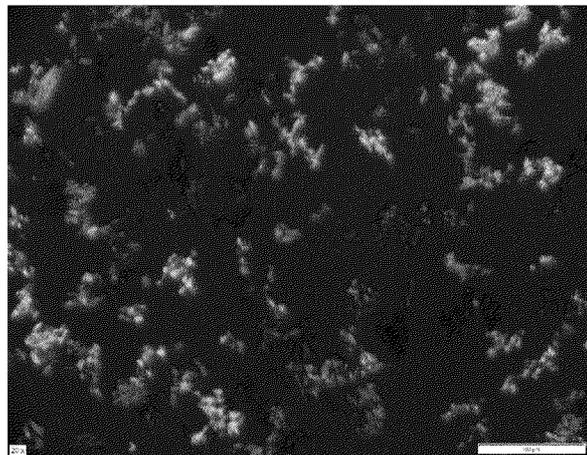
ФИГ. 4В



ФИГ. 4С



ФИГ. 4D

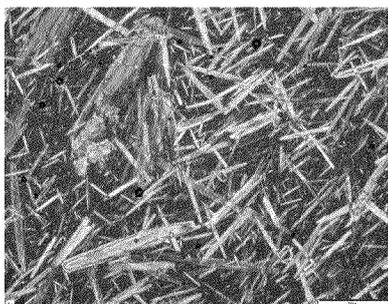


ФИГ. 5

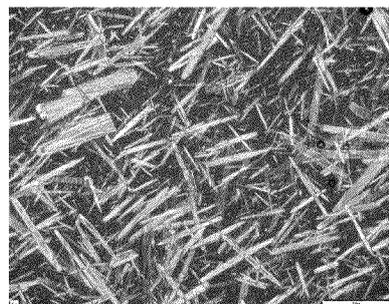
ФИГ. 5А



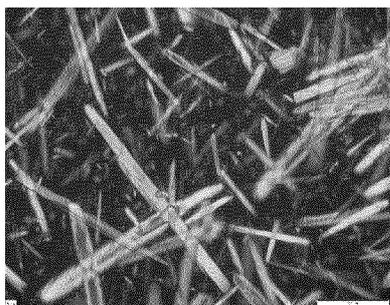
ФИГ. 5В



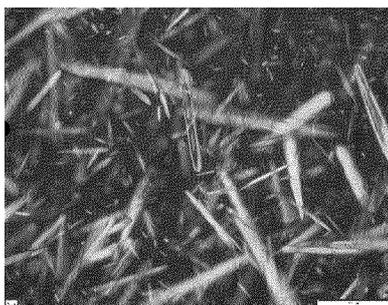
ФИГ. 5С



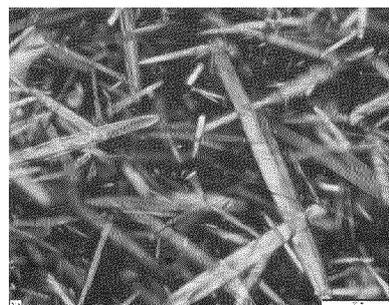
ФИГ. 5D



ФИГ. 5Е

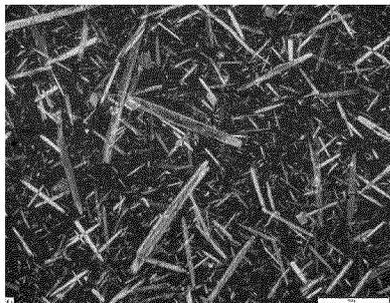


ФИГ. 5F

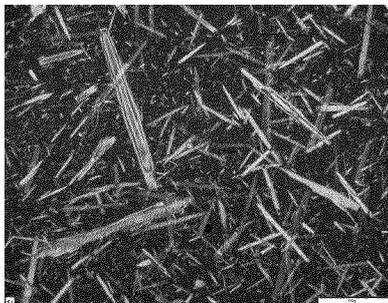


ФИГ. 6

ФИГ. 6А



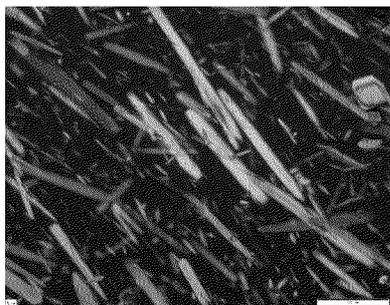
ФИГ. 6В



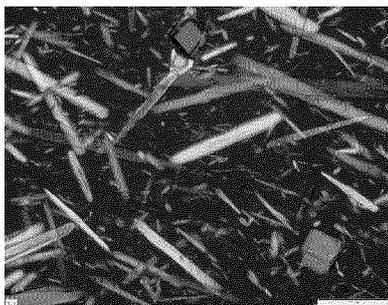
ФИГ. 6С



ФИГ. 6D



ФИГ. 6Е



ФИГ. 6F

