



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 117119908 A

(43) 申请公布日 2023. 11. 24

(21) 申请号 202280027885.7

R · 沃洛特

(22) 申请日 2022.04.13

(74) 专利代理机构 隆天知识产权代理有限公司

(30) 优先权数据

72003

21168625.8 2021.04.15 EP

专利代理师 吴小瑛

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

(51) Int. Cl.

2023.10.11

A23L 27/30 (2006.01)

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/EP2022/059965 2022.04.13

(87) PCT国际申请的公布数据

W02022/219094 DE 2022.10.20

(71) 申请人 甜糖股份公司

地址 德国曼海姆

(72) 发明人 C · 伯特格 R · 卡塔留斯

H · 德格曼 H · 扬森

马克瓦德 · 金茨 J · 辛纳

权利要求书2页 说明书29页 附图8页

(54) 发明名称

生产富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物的方法

(57) 摘要

本发明涉及从含有异麦芽酮糖醇的溶液(即含有氢化的异麦芽酮糖的溶液)生产富含1-0- α -D-吡喃葡萄糖基-D-甘露糖醇(下文称为1,1-GPM)和/或6-0- α -D-吡喃葡萄糖基-D-山梨糖醇(下文称为1,6-GPS)的异麦芽酮糖醇组合物的方法,从含有异麦芽酮糖醇的溶液通过根据本发明的方法生产的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合,以及这些富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物的用途。

1. 一种从含有异麦芽酮糖醇的溶液生产富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物的方法,其特征在于

a) 提供含有异麦芽酮糖醇的溶液,其中所述含有异麦芽酮糖醇的溶液具有65至90重量%的异麦芽酮糖醇(基于所述含有异麦芽酮糖醇的溶液的总重量);

b) 将方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液在用于晶核形成的反应器中进行闪蒸,以获得包含第一结晶相和第一液相的含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液;

c) 使方法步骤b)中获得的含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液经受结晶过程,由此获得包含第二结晶相和第二液相的含有异麦芽酮糖醇的第二悬浮液,其中第二结晶相富含1,1-GPM,并且第二液相富含1,6-GPS;

d) 将来自方法步骤c)的含有异麦芽酮糖醇的第二悬浮液的富含1,1-GPM的第二结晶相与富含1,6-GPS的第二液相分离;和

e) 获得富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物。

2. 根据权利要求1所述的方法,其中在方法步骤b)期间进行机械搅拌。

3. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液具有35至61重量%的1,1-GPM(基于提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液的干物质(TS)的总重量)。

4. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中将方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液调节至50至90℃的温度。

5. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液含有1,1-GPM、1,6-GPS和至少一种选自以下的物质:1,1-GPS、其他脱氧二糖醇、多糖、寡糖、三糖、二糖、单糖、山梨糖醇、甘露糖醇和异松三糖。

6. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中在方法步骤a1)中通过蒸发或反渗透从含有异麦芽酮糖醇的初始溶液或悬浮液获得方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液。

7. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中通过选择性氢化,特别是1,6-GPS的选择性氢化获得用于方法步骤a1)的含有异麦芽酮糖醇的溶液。

8. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中用于方法步骤b)中的闪蒸的反应器是成核器。

9. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中方法步骤b)中进行的闪蒸在10至500mbar,特别是50至200mbar的绝对压力和30至70℃,特别是30至60℃的温度下进行。

10. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中在方法步骤b)中进行的闪蒸进行2分钟至12小时的时间段。

11. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中在方法步骤b)中进行的闪蒸是连续进行的。

12. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中进行方法步骤b)中,使得在方法步骤b)期间,方法步骤a)中存在的溶解的1,1-GPM的20%至30%进入含有异麦芽酮糖醇的第一结晶悬浮液的第一结晶相(基于方法步骤a)中提供的溶液中1,1-GPM的干物质(TS)的总重量)。

13. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中进行方法步骤b)中,使得在方法步骤

b) 期间,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液的干物质含量增加1至6重量%(各自基于所提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液和所获得的含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液的干物质(TS)的总重量)。

14.根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中方法步骤c)的结晶过程在结晶器中进行。

15.根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中方法步骤c)的结晶过程是连续进行的。

16.根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中方法步骤c)的结晶过程是等温结晶,特别是在50至60℃的温度等温结晶。

17.根据权利要求1至15中任一项所述的方法,其中方法步骤c)的结晶过程是冷却结晶。

18.根据权利要求1至15中任一项所述的方法,其中方法步骤c)的结晶过程是蒸发结晶,特别是多级蒸发结晶。

19.根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中在所述方法期间,特别是在方法步骤c)中的等温结晶期间,不接种晶种。

20.根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中在方法步骤d)之后,将富含1,1-GPM的第二结晶相干燥,在方法步骤e)中获得富含1,1-GPM的异麦芽酮糖醇的固态组合物。

21.根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中在方法步骤d)之后,将富含1,6-GPS的第二液相浓缩至少一次,特别是浓缩到至少60重量%的干物质含量(基于第二液相的总重量),在方法步骤e)中获得富含1,6-GPS的异麦芽酮糖醇的液态组合物。

22.根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中在方法步骤d)之后,将富含1,6-GPS的第二液相干燥,并且在方法步骤e)中获得富含1,6-GPS的异麦芽酮糖醇的固态组合物。

23.根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中方法步骤d)中分离的第二结晶相具有至少60重量%的1,1-GPM(基于所述结晶相的干物质(TS)的总重量)。

24.根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中方法步骤d)中分离的第二液相具有至少72重量%的1,6-GPM(基于所述第二液相的干物质(TS)的总重量)。

25.一种富含1,1-GPM的异麦芽酮糖醇组合物,特别是可通过根据权利要求1至24中任一项所述的方法生产的富含1,1-GPM的异麦芽酮糖醇组合物,其中所述富含1,1-GPM的异麦芽酮糖醇组合物中包含的晶体的长宽比为7.0至10.5,特别是7.5至10.0,特别是7.5至9.0,特别是7.5至8.5,特别是8.0(均为平均值)。

26.一种富含1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物,其具有15至32重量%的1,1-GPM和68至85重量%的1,6-GPS(均基于1,1-GPM和1,6-GPS的干物质总量),特别是可通过根据权利要求1至24中任一项所述的方法生产的富含1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物,特别是具有至少68重量%的1,6-GPS含量(基于组合物的干物质(TS)的总重量)。

27.通过根据权利要求1至24中任一项所述的方法生产的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物或根据权利要求25或26所述的组合物在供人和/或动物消费的产品的用途。

生产富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及从含有异麦芽酮糖醇的溶液(即含有氢化的异麦芽酮糖的溶液)生产富含1-0- α -D-吡喃葡萄糖基-D-甘露糖醇(下文称为1,1-GPM)和/或6-0- α -D-吡喃葡萄糖基-D-山梨糖醇(下文称为1,6-GPS)的异麦芽酮糖醇组合物的方法,从含有异麦芽酮糖醇的溶液通过根据本发明的方法生产的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物,以及这些富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物的用途。

背景技术

[0002] 异麦芽酮糖醇(氢化的异麦芽酮糖或氢化的帕拉金糖)是一种含有1,1-GPM和1,6-GPS作为主要成分的糖替代品,由于其非致龋性、低热值和适合糖尿病患者而具有优势。来自含有异麦芽酮糖醇的溶液的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物比具有几乎等摩尔比的1,1-GPM与1,6-GPS的产品更适合于多种应用。

[0003] DE 25 20 173 A1涉及一种由异麦芽酮糖生产1,6-GPS和1,1-GPM的方法及其作为糖替代品的用途。

[0004] EP 0 625 578 A1公开了异麦芽酮糖醇的生产及其在享乐品和食品中作为甜味剂的用途。

[0005] EP 0 859 006 B2和WO 1997/008958 A1涉及生产富含1,6-GPS和富含1,1-GPM的混合物、纯的1,6-GPS和1,1-GPM的方法,及其用途。

[0006] 此类异麦芽酮糖醇组合物用于许多产品,例如享乐品和食品领域。取决于最终产品,此类组合物的潜在的非常广泛的应用需要具有不同量的1,1-GPM和1,6-GPS的组合物,特别是富含1,1-GPM或1,6-GPS的组合物。

[0007] 然而,目前尚不知道如何以简单、安全和高效,特别是成本和/或能源高效的结晶方法从含有异麦芽酮糖醇的溶液生产此类富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物以及纯的1,6-GPS和1,1-GPM。因此,需要能够从含有异麦芽酮糖醇的溶液中获得异麦芽酮糖醇组合物的方法,与作为初始溶液存在含有异麦芽酮糖醇的溶液相比,该组合物富含1,1-GPM和/或1,6-GPS。

发明内容

[0008] 因此,本发明是基于以下技术问题:提供一种从含有异麦芽酮糖醇的溶液生产富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物的结晶方法,该结晶方法简单易行并且安全,并且能够以高的产率和可重复性从含有异麦芽酮糖醇的溶液生产富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物。

[0009] 本发明通过提供一种从含有异麦芽酮糖醇的溶液生产富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物的方法解决了该技术问题,该方法的特征在于:

[0010] a) 提供含有异麦芽酮糖醇的溶液,其中所述含有异麦芽酮糖醇的溶液具有65至90

重量%，特别是70至85重量%的异麦芽酮糖醇（各自基于所述含有异麦芽酮糖醇的溶液的总重量）；

[0011] b) 将方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液在用于晶核形成的反应器中进行闪蒸，以获得包含第一结晶相和第一液相的含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液；

[0012] c) 使方法步骤b)中获得的含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液经受结晶过程，由此获得包含第二结晶相和第二液相的含有异麦芽酮糖醇的第二悬浮液，其中第二结晶相富含1,1-GPM，并且第二液相富含1,6-GPS；

[0013] d) 将来自方法步骤c)的含有异麦芽酮糖醇的第二悬浮液的富含1,1-GPM的第二结晶相与富含1,6-GPS的第二液相分离；和

[0014] e) 获得富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物。

[0015] 因此，本发明从作为初始溶液的含有异麦芽酮糖醇的溶液开始，其在方法步骤a)中提供，并进行方法，特别是使用方法步骤b)、c)、d)和e)，以提供两种不同的相，即第二结晶相和第二液相，其中第二结晶相具有比方法步骤a)中使用的含有异麦芽酮糖醇的溶液更高的1,1-GPM含量，并且第二液相具有比方法步骤a)中使用的含有异麦芽酮糖醇的溶液更高的1,6-GPS含量。因此，本发明能够将含有异麦芽酮糖醇的溶液分离成两相，并且对用作初始溶液的含有异麦芽酮糖醇溶液中存在的组分进行相特异性富集，将1,1-GPM富集在第二结晶相中且将1,6-GPS富集在第二液相中，并且根据本发明提供富含1,1-GPM和1,6-GPS的相和组合物，相对于初始溶液中的1,1-GPM和1,6-GPS的各自含量，其特别富集1,1-GPM和1,6-GPS，并且特别适合某些应用。

[0016] 因此，根据本发明，通过经受方法步骤b)和c)，获得两个相，即第二结晶相和第二液相，其中在富含1,1-GPM的第二结晶相中，1,1-GPM含量高于方法步骤a)中使用的含有异麦芽酮糖醇的溶液中的1,1-GPM含量并且1,6-GPS含量降低，并且在富含1,6-GPS的第二液相中，1,1-GPM含量低于方法步骤a)中使用的含有异麦芽酮糖醇的溶液的1,1-GPM含量，并且1,6-GPS含量增加。通过进行方法步骤d)和e)，获得了富含1,1-GPM和1,6-GPS的含有异麦芽酮糖醇的组合物，即这样的组合物，其特征在于与方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液相比，1,1-GPM含量更高；以及另外的组合物，其特征在于与方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液相比，1,6-GPS含量更高。

[0017] 因此，本发明提供了从含有异麦芽酮糖醇的溶液生产富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物的方法，其中在方法步骤a)中提供含有异麦芽酮糖醇的溶液（即含有含异麦芽酮糖醇的混合物的溶液），并且在方法步骤b)中，通过在反应器（特别是成核器）中进行闪蒸，引发诱导的晶核形成，在此过程中，发生晶核形成并且开始发生晶核结晶，获得含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液，以及在方法步骤c)中通过随后在反应器（特别是同一反应器或另一反应器，特别是结晶器）中进行结晶，获得包含第二结晶相和第二液体的含有异麦芽酮糖醇的第二悬浮液，其中第二结晶相富含1,1-GPM并且第二液相富含1,6-GPS，并且在方法步骤d)中，随后将富含1,1-GPM的相从富含1,6-GPS的相分离，以随后在方法步骤e)中获得富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物。

[0018] 以有利且特别优选的方式，根据本发明的方法导致简单且有效，特别是成本有效的过程控制。特别地，与常规晶核形成反应器（特别是浆料反应器）相比，优选提供的连续工艺方法使得可以省去基于时间间隔的连续添加高纯度晶核，这种高纯度晶核的生产是耗时

且成本密集的。

[0019] 以有利且特别优选的方式,根据本发明的方法导致特别均匀的晶核形成,因为省去了引发结晶的局部步骤(特别是接种),因为在操作中(即在根据本发明的方法过程中,即在反应器的持续操作期间),晶核独立地连续形成。因此,以有利的方式,根据本发明的方法避免了常见的技术问题,因为独立的晶核形成发生在所用的整个含有异麦芽酮糖醇的溶液中,而在常见的晶核形成反应器(特别是浆料反应器)中,所使用的包含晶种、结晶固体和溶剂的悬浮液的均质化通常是有问题的,因为晶核的添加需要快速混合以避免局部浓度梯度并因此保证均匀的晶体生长,其中经常会发生已形成的晶体的破坏。本发明依赖于1,1-GPM和1,6-GPS在溶液中(特别是在水溶液中)的溶解度不同,即两种组分具有不同的溶解度平衡,因此两种组分在闪蒸和随后的结晶过程中在结晶相和液相中分别以不同程度进行聚集和贫化。溶解度平衡是温度依赖性的,其中优选地,可以通过控制剪切和/或工艺参数(特别是压力和/或温度和/或组分1,1-GPM和/或1,1-GPS在液相中的浓度)来具体调节两种组分的富集程度。

[0020] 闪蒸优选在与大气压相比降低的压力下进行,其中绝对压力的降低导致液体过热。不受理论的束缚,当调节降低的绝对压力时,压降在用于晶核形成的反应器(特别是成核器)中以限定的波传播,其中该波的传播比液体介质的温度调节更快,该液体介质的温度调节因相界面处的传热和传质而减慢。因此,发生热力学不平衡,并且由压力降低引起的过热通过能量传递(特别是向沸腾的核和/或向现有的蒸汽泡的能量传递)而消散。

[0021] 因此,绝对压力的降低导致所用溶剂(特别是水)的限定部分的蒸发,由此从所用的含有异麦芽糖醇的溶液中取出能量,即系统以限定的方式冷却。1,1-GPM和1,6-GPS的溶解度平衡的温度依赖性使得能够在给定的工艺参数和条件下进行限定的晶核形成和在形成的晶核处以限定方式开始的结晶,其中所得的晶核和晶体富含1,1-GPM,而1,6-GPS富含在剩余液体中。因此,通过有针对性的压力下降和温度控制来利用1,1-GPM和/或1,6-GPS的不同溶度积(**Löslichkeitsprodukt**),以实现相应化合物以结晶和液体形式的富集。因此,方法步骤b)中进行的闪蒸导致形成包含第一结晶相和第一液相的含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液,其中1,1-GPM富集在第一结晶相中,并且1,6-GPS富集在第一液相中。

[0022] 优选进行闪蒸直至获得的第一结晶相和第一液相中富集了足够的1,1-GPM和/或1,6-GPS,特别是在第一结晶相中存在的包含1,1-GPM(特别是由其组成)的晶核和在其上生长并由其形成的晶体,以实现有效的结晶过程以及均匀的晶体生长。

[0023] 本发明还通过提供在该方法进行中获得的中间体以及获得的富含1,1-GPM和1,6-GPS的组合物来解决其要解决的技术问题。因此,本发明还提供第一和第二结晶相和液相以及富含1,1-GPM和1,6-GPS的组合物。

[0024] 根据本发明在第二结晶相和富含1,1-GPM的异麦芽酮糖醇组合物中含有的晶体的特征在于有利的形貌,特别是有利的晶体长宽比,特别是与传统结晶产品相比小的长宽比相比。

[0025] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM的异麦芽酮糖醇组合物以及在方法步骤c)中获得的第二结晶相各自所含晶体的长宽比为7.0至10.5,特别是7.5至10.0,特别是7.5至9.0,特别是7.5至8.5,特别是8.0(均为平均值)。

[0026] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM的异麦芽酮糖

醇组合物以及在方法步骤c)中获得的第二结晶相各自所含晶体的长宽比为6.5至10.0,特别是7.0至9.5,特别是7.5至9.0,特别是7.5至8.5,特别是7.8(均为中位数)。

[0027] 由于其中包含的晶体的特殊长宽比,根据本发明获得的富含1,1-GPM的异麦芽酮糖醇组合物有利地易于与液体组分分离。根据本发明的长宽比减少了晶体破损并导致更均匀的粒度分布。这是有利的,因为已知晶体破损会导致更宽的不均匀的粒度分布,甚至可能是双峰粒度分布以及导致晶体饼中间隙体积的堵塞,这使晶体的可分离性(包括晶体饼的排出)变差,从而降低产品收率。根据本发明所实现的晶体破损的减少还具有这样的优点:所获得的产品在干燥后没有显示出灰尘形成或仅显示出减少的灰尘形成。根据本发明的相对较小且因此更加球形的长宽比还导致其在用于分离晶体的离心机中具有改进的(特别是更快的)沉降行为,以及更好的筛分,以及对优选获得的干燥产物具有改进的选择性。根据本发明的长宽比还减少了堵塞粒子形成(即以大的长宽比为特征的晶体的形成,其由于细长结构而堵塞分离筛并且因此还降低了生产效率)。

[0028] 以有利的方式,根据本发明的方法,特别是方法步骤b),导致1,1-GPM在第一结晶相中和1,6-GPS在第一液相中以特别简单且有效的方式发生晶核形成和/或富集。

[0029] 本发明提供了方法步骤b),其中闪蒸在反应器,特别是成核器中进行。本发明提供了方法步骤c),其中结晶过程在反应器,特别是结晶器中进行。

[0030] 在一个特别优选的实施方案中,本发明提供了以下:方法步骤b)中的闪蒸在反应器,特别是成核器中进行,并且方法步骤c)中的结晶过程在反应器中进行,特别是方法步骤c)中的结晶过程与方法步骤b)中的闪蒸在相同的反应器中进行,特别是在相同的成核器中进行。

[0031] 在一个特别优选的实施方案中,本发明提供在方法步骤b)中使用的反应器,特别是成核器,并且任选地,在成核器中可以任选地进行方法步骤c),其中成核器同时是结晶器。

[0032] 在一个特别优选的实施方案中,本发明提供以下:方法步骤b)中的闪蒸在反应器,特别是成核器中进行,并且方法步骤c)中的结晶过程在反应器中进行,特别是方法步骤c)中的结晶过程在与方法步骤b)中的闪蒸不同的反应器中进行,特别是在结晶器中进行。

[0033] 因此,在一个特别优选的实施方案中,本发明提供的方法步骤b)和方法步骤c)在同一反应器,特别是成核器中进行。

[0034] 在一个特别优选的实施方案中,本发明还提供方法步骤b)和方法步骤c)各自在不同的反应器中进行,即方法步骤b)特别是在成核器中进行而方法步骤c)特别是在结晶器中进行。

[0035] 在一个优选的实施方案中,本发明提供方法步骤b)中的闪蒸在反应器,特别是成核器中进行,其中反应器特别是成核器具有至少一个搅拌器。

[0036] 在一个优选的实施方案中,在方法步骤b)期间进行机械搅拌,也就是说,优选在闪蒸期间对方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液进行搅动,特别是搅拌。

[0037] 在一个特别优选的实施方案中,方法步骤b)中的机械搅拌通过反应器,特别是成核器中存在的至少一个搅拌器进行。

[0038] 以有利且优选的方式,成核器中存在的搅拌器确保机械搅拌,特别是在根据本发明的用于闪蒸的方法步骤b)中使用的含有异麦芽酮糖醇的溶液在整个反应器内容物中的

特别均匀的混合。这种由搅拌器引起的优选的均匀混合是通过剪切方法步骤a)中提供的并用于方法步骤b)中的含有异麦芽酮糖醇的溶液来实现的。方法步骤b)中剪切的控制,与工艺参数(特别是压力和/或温度和/或组分1,1-GPM和/或1,6-GPS的浓度,特别是温度的降低和干物质含量的增加)的控制相结合,有助于诱导有利的快速且均匀的晶核形成,特别是在优选存在的搅拌器的转子叶片尖端处,以便将由此产生的晶核快速且均匀地分布在整个反应器内容物上,这确保了晶核的均匀生长和整个含有异麦芽酮糖醇的溶液中受控的过饱和度降低。

[0039] 令人惊奇的是,根据本发明优选提供的对剪切和/或工艺参数(特别是压力和/或温度)的控制导致有利的均匀的晶核形成,其中由优选提供的搅拌器引起的剪切有利地避免了由于缺乏混合所导致的晶核形成不受控制地仅以高且局部过饱和的形式发生,其从起始点不利地缓慢且不均匀地扩散到含有异麦芽酮糖醇的溶液的其余部分上。

[0040] 可以通过选择搅拌器的各种搅拌器参数来调节方法步骤b)中使用的成核器的优选使用的搅拌器引起的剪切,这些参数特别选自搅拌器参数旋转速度(特别是叶片尖端速度)、搅拌器几何形状(特别是由此产生的转子叶片尖端处的空化程度)以及各个搅拌器叶片(特别是转子叶片)的数目和/或形状和/或角度。以这种方式,可以控制晶核形成,特别是晶核的数目,其中搅拌器特别是转子-定子系统。

[0041] 令人惊奇的是,通过控制方法步骤b)中的剪切和/或工艺参数,可以在方法步骤c)有针对性地影响形成的晶体(特别是1,1-GPM晶体)的尺寸和粒度分布。因此,根据本发明,在方法步骤c)中,可以使方法步骤b)中获得的包含第一结晶相和第一液相的含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液经历结晶过程,由此获得包含第二结晶相和第二液相的含有异麦芽酮糖醇的第二悬浮液,特别是包含均匀的第二结晶相和第二液相的含有异麦芽酮糖醇的第二悬浮液,并且其中通过控制剪切和/或工艺参数,有针对性地控制含有异麦芽酮糖醇的第二悬浮液的第二结晶相中所包含的1,1-GPM晶体的数目和粒度分布。

[0042] 在一个优选实施方案中,至少一个搅拌器是转子-定子系统。

[0043] 本发明特别优选地提供,转子-定子系统包括转子和定子,特别是由转子和定子组成。

[0044] 本发明特别优选地提供,转子-定子系统的转子优选是螺旋桨搅拌器,特别是具有至少两个转子叶片的螺旋桨搅拌器。

[0045] 本发明特别优选地提供,转子-定子系统的定子优选地是中心管。

[0046] 本发明特别优选地提供,转子(特别是螺旋桨搅拌器)存在于定子(特别是中心管)中,特别是以确保转子的自由旋转性的方式存在。

[0047] 本发明特别优选地提供,转子存在于定子中,特别地以这样的方式存在:通过方法步骤b)中优选提供的机械搅拌,根据本发明在方法步骤a)提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液可以永久地在转子叶片的一侧供给并在转子叶片的相对侧排出,以确保反应器内容物的完全混合。

[0048] 本发明特别优选地提供,螺旋桨搅拌器的转子叶片具有特定的形状,特别是矩形形状、梯形形状、双梯形形状或矩形梯形形状。

[0049] 本发明特别优选地提供,转子-定子系统的转子是螺旋桨搅拌器,其具有至少2个转子叶片,特别是3个,特别是4个,特别是5个,优选3个转子叶片。

[0050] 本发明特别优选地提供,螺旋桨搅拌器的转子叶片各自从中心附接点开始到相邻转子叶片成 36° 至 180° ,特别是 45° 至 120° ,特别是 72° 至 90° ,优选 72° 的角度(从一个转子叶片尖端的中心到下一个转子叶片尖端的中心计算)。

[0051] 本发明特别优选地提供,转子-定子系统的转子是螺旋桨搅拌器,其包括至少2个转子叶片,特别是3个,特别是4个,特别是5个,优选3个转子叶片,每个转子叶片各自从中心附接点开始到相邻转子叶片成 36° 至 180° ,特别是 45° 至 120° ,特别是 72° 至 90° ,优选 72° 的角度(从一个转子叶片尖端的中心到下一个转子叶片尖端的中心计算)。

[0052] 本发明特别优选地提供,螺旋桨搅拌器的转子叶片绕其纵向轴线倾斜 0° ,特别是 1° ,特别是 5° ,特别是 10° ,特别是 20° ,特别是 30° ,特别是 40° ,特别是 45° (从位于平面中的转子叶片开始)。

[0053] 本发明特别优选地提供,转子-定子系统的转子是螺旋桨搅拌器,其具有至少2个转子叶片,特别是3个,特别是4个,特别是5个,优选3个转子叶片,每个转子叶片各自从中心附接点开始到相邻转子叶片成 36° 至 180° ,特别是 45° 至 120° ,特别是 72° 至 90° ,优选 72° 的角度(从一个转子叶片尖端的中心到下一个转子叶片尖端的中心计算);并且这些转子叶片绕其纵向轴线倾斜 0° ,特别是 1° ,特别是 5° ,特别是 10° ,特别是 20° ,特别是 30° ,特别是 40° ,特别是 45° (从位于平面中的转子叶片开始)。

[0054] 本发明特别优选地提供,转子-定子系统的转子是螺旋桨搅拌器,其具有至少2个转子叶片,特别是3个,特别是4个,特别是5个,优选3个转子叶片,每个转子叶片各自从中心附接点开始到相邻转子叶片成 36° 至 180° ,特别是 45° 至 120° ,特别是 72° 至 90° ,优选 72° 的角度(从一个转子叶片尖端的中心到下一个转子叶片尖端的中心计算);并且这些转子叶片绕其纵向轴线倾斜 0° ,特别是 1° ,特别是 5° ,特别是 10° ,特别是 20° ,特别是 30° ,特别是 40° ,特别是 45° (从位于平面中的转子叶片开始);以及其具有特定形状,特别是矩形形状、梯形形状、双梯形形状或矩形梯形形状。

[0055] 在一个优选的实施方案中,根据本发明的方法导致在成核器中形成(特别是选择性形成)1,1-GPM二水合物的晶核,即至少部分地(特别是完全)排除1,6-GPS。

[0056] 在本发明的一个特别优选的实施方案中,根据本发明的方法使得可以在方法步骤b)中提供含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液,其中主要地(特别是单独地),存在的晶核由1,1-GPM(特别是1,1-GPM二水合物)组成。因此,在一个优选的实施方案中,根据本发明的方法特别是在方法步骤b)中提供了一种组成特别均匀的含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液,在一个优选的实施方案中,其特征在于其中包含的所有晶核由1,1-GPM(特别是1,1-GPM二水合物)组成。这种主要含有1,1-GPM晶种(特别是第一结晶相仅含有1,1-GPM晶种)的含有异麦芽酮糖醇的悬浮液特别适合于随后方法步骤c)中的结晶。

[0057] 以有利且特别优选的方式,根据本发明的方法导致提高的工作安全性,因为在闪蒸中不使用分散介质(特别是醇,特别是异丙醇),特别是通过与传统的晶核形成反应器(特别是浆料反应器)相比对剪切和/或工艺参数的特定控制,除了通过降低爆炸风险来提高工作安全性之外,还导致操作成本的降低。此外,有利的是,不必在上游工作步骤中提供和补充浆料。

[0058] 以有利的方式,根据本发明的方法,特别地并且在一个优选的实施方案中,通过控制剪切和/或工艺参数(特别是过饱和、温度和压力),可以生成包含1,1-GPM(特别是由其组

成)的均匀晶核,其中含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液的第一液相除了溶剂之外还包含溶解的1,6-GPS,由此在随后的结晶过程中获得特别纯的晶体,其包含1,1-GPM或1,6-GPS或者1,1-GPM和1,6-GPS;特别是由其组成。不受理论的束缚,这是基于在根据本发明的方法步骤b)中获得的晶核的非常好的生长性质,而在普通技术的反应器中,特别是浆料反应器中,工艺步骤能够导致形成断裂边缘,其中在连续晶体生长的情况下,这些断裂边缘代表晶体生长的优选位置,即结晶优选发生在这些断裂边缘处。这些断裂边缘处优选的晶体生长导致在获得的晶体的晶体结构中包含溶剂(特别是水)或根据本发明存在的液相(特别是含有异麦芽酮糖醇的液相),由此在获得结晶相后,晶体含有杂质,特别是不希望有的夹杂物。

[0059] 以有利的方式,根据本发明的方法在富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的相中获得特别均匀的晶体尺寸分布,特别是可通过控制剪切和/或工艺参数调节的晶体尺寸分布,使得它们可以有效地与其他相(特别是液相)分离。

[0060] 因此,本发明提供了一种特别简单和有效的从含有异麦芽酮糖醇的溶液生产富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物,特别是纯1,1-GPM和/或纯1,6-GPS的方法,其利用1,1-GPM和1,6-GPS的不同溶度积,并且其中获得两个单独的相,与根据方法步骤a)的含有异麦芽酮糖醇的溶液的1,1-GPM含量或1,6-GPS含量相比,每个相具有增加的(即富集的)1,1-GPM或1,6-GPS-含量。特别地,根据本发明的方法使得可以在单一方法中获得富含1,1-GPM和1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物。根据本发明,还可以进行根据本发明的方法以仅获得富含1,1-GPM的异麦芽酮糖醇组合物。根据本发明的一个优选实施方案,还可以进行根据本发明的方法以仅提供富含1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物。

[0061] 特别地,本发明提供,在方法步骤a)中提供含有异麦芽酮糖醇的溶液,其异麦芽酮糖醇含量为65至90重量%(基于含有异麦芽酮糖醇的溶液的总重量)。

[0062] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液具有70至85重量%,特别是70至80重量%的异麦芽酮糖醇,优选72至80重量%,优选74至80重量%,优选76至80重量%,优选70至78重量%,优选74至76重量%,优选70至74重量%,优选70至75重量%,优选70至76重量%,优选72至76重量%,优选74至76重量%,优选75至80重量%,或优选76至80重量%(各自基于含有异麦芽酮糖醇的溶液的总重量)。

[0063] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液是饱和溶液,特别优选是过饱和溶液。

[0064] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液具有35至61重量%,优选46至56重量%,优选48至55重量%,优选49至54重量%,优选50至53重量%的1,1-GPM含量(各自基于含有异麦芽酮糖醇的溶液的干物质的总重量)。

[0065] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液具有39至65重量%,优选44至54重量%,优选45至52重量%,优选46至51重量%,优选47至50重量%的1,6-GPS含量(各自基于含有异麦芽酮糖醇的溶液的干物质的总重量)。

[0066] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液具有35至61重量%,优选46至56重量%,优选48至55重量%,优选49至54重量%,优选50至53重量%的1,1-GPM含量和39至65重量%,优选44至54重量%,优选45至52重量%,优选46至51重量%,优选47至50重量%的1,6-GPS含量(各自基于含有异麦芽酮糖醇的溶液的干物质的总重量)。

[0067] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液具有35至44重量%的1,1-GPM含量和56至65重量%的1,6-GPS含量(各自基于含有异麦芽酮糖醇的溶液的干物质的总重量)。

[0068] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液具有35至50重量%,优选37至48重量%,优选39至46重量%,优选39至44重量%,优选39至42重量%的1,1-GPM含量(各自基于含有异麦芽酮糖醇的溶液的干物质的总重量)。

[0069] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液具有50至65重量%,优选52至63重量%,优选54至61重量%,优选56至59重量%,优选58至59重量%的1,6-GPS含量(各自基于含有异麦芽酮糖醇的溶液的干物质的总重量)。

[0070] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液具有35至50重量%,优选37至48重量%,优选39至46重量%,优选41至44重量%,优选41至42重量%的1,1-GPM含量和50至65重量%,优选52至63重量%,优选54至61重量%,优选56至59重量%,优选58至59重量%的1,6-GPS含量(各自基于含有异麦芽酮糖醇的溶液的干物质的总重量)。

[0071] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液具有35至50重量%的1,1-GPM含量和50至65重量%的1,6-GPS含量(各自基于含有异麦芽酮糖醇的溶液的干物质的总重量)。

[0072] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液具有45至57重量%,优选47至56重量%,优选48至55重量%,优选49至54重量%,优选50至53重量%的1,1-GPM含量(基于含有异麦芽酮糖醇的溶液的干物质的总重量)。

[0073] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液具有43至55重量%,优选44至53重量%,优选45至52重量%,优选46至51重量%,优选47至50重量%的1,6-GPS含量(基于含有异麦芽酮糖醇的溶液的干物质的总重量)。

[0074] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液具有45至57重量%,优选47至56重量%,优选48至55重量%,优选49至54重量%,优选50至53重量%的1,1-GPM含量和43至55重量%,优选44至53重量%,优选45至52重量%,优选46至51重量%,优选47至50重量%的1,6-GPS含量(各自基于含有异麦芽酮糖醇的溶液的干物质的总重量)。

[0075] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液具有45至57重量%的1,1-GPM含量和43至55重量%的1,6-GPS含量(各自基于含有异麦芽酮糖醇的溶液的干物质的总重量)。

[0076] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液具有50至90℃的温度,优选60至90℃,优选61至85℃,优选64至85℃,优选50至80℃,优选60至80℃,优选60至75℃,优选64至75℃,优选64至75℃,或优选64至70℃。在一个优选的实施方案中,在方法步骤a)中将含有异麦芽酮糖醇的溶液调节至一个前述的温度。

[0077] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液具有1,1-GPM、1,6-GPS和至少一种选自以下的物质:1,1-GPS、其他脱氧二糖醇、多糖、寡糖、三糖、单糖、二糖、山梨糖醇、甘露糖醇和异松三糖。

[0078] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的

溶液具有1,1-GPM、1,6-GPS和至少一种选自以下的物质:1,1-GPS、其他脱氧二糖醇、寡糖、三糖、单糖、二糖、山梨糖醇、甘露糖醇和异松三糖。

[0079] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤a)中提供的并在方法步骤b)和c)中进一步加工的含有异麦芽酮糖醇的溶液除了水、1,1-GPM、1,6-GPS和至少一种选自1,1-GPS、其他脱氧二糖醇、寡糖、三糖、单糖、二糖、山梨糖醇、甘露糖醇和异松三糖的物质之外,不含其他物质。

[0080] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤a)中提供并在方法步骤b)和c)中进一步加工的含有异麦芽酮糖醇的溶液不含阿拉伯胶。

[0081] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤a)中提供并在方法步骤b)和c)中进一步加工的含有异麦芽酮糖醇的溶液除了水、1,1-GPM和1,6-GPS之外不含任何物质。

[0082] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液是异麦芽酮糖醇在溶剂中的溶液,所述溶剂特别是水、乙醇、丙醇、异丙醇、丁醇、异丁醇或其混合物。在一个特别优选的实施方案中,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液是含有少量乙醇、丙醇、异丙醇、丁醇和/或异丁醇的水溶液,特别是基于总的水溶液含有0.1至5体积%的醇。在另一个特别优选的实施方案中,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液的溶剂是水,特别是完全软化的水。优选地,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液不含任何有机溶剂。

[0083] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液是水溶液,特别是pH范围为3.0至8.0,优选3.5至7.5,优选4.0至7.0,优选4.3至6.5,优选4.6至6.0,优选4.8至5.5,或优选4.9至5.5的水溶液,优选pH为4.9,优选6.0,优选8.0,优选4.5,优选4.0,优选3.5,优选3.0的水溶液。

[0084] 在根据本发明的一个优选实施方案中,含有异麦芽酮糖醇的溶液直接由异麦芽酮糖醇和水制备,任选地由异麦芽酮糖醇、水和另外先前列出的组分制备。

[0085] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤a)之前进行的方法步骤a1)中通过蒸发或反渗透从含有异麦芽酮糖醇的初始溶液或悬浮液获得方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液。在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤a1)中,根据本发明在方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液是通过提高溶液或悬浮液的温度,特别是在相对于大气压而言为减压的压力下,由异麦芽酮糖醇在水中的初始溶液或悬浮液获得。

[0086] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤a1)中,根据本发明在方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液是通过反渗透,特别是在相对于大气压而言为增加的压力下,从异麦芽酮糖醇在水中的初始溶液或悬浮液生产的。

[0087] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤a1)中,通过将结晶异麦芽酮糖醇添加至水,特别是去离子水中来制备根据本发明在方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液。在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤a1)中,通过将结晶异麦芽酮糖醇添加至具有较低浓度的异麦芽酮糖醇的初始溶液或悬浮液中来生产根据本发明在方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液。

[0088] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在步骤a1)中,步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液由含有异麦芽酮糖醇的初始溶液或悬浮液通过如下制备:浓缩初始溶液(优

选通过蒸发,特别是在相对于大气压而言为减压的压力下)、反渗透(特别是在相对于大气压而言增加的压力下)和/或添加结晶异麦芽酮糖醇;或者稀释初始溶液或悬浮液(优选通过添加水),从而获得步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液。

[0089] 在根据本发明的一个优选实施方案中,通过选择性氢化,特别是1,6-GPS的选择性氢化获得用于方法步骤a1)的含有异麦芽酮糖醇的初始溶液或悬浮液。

[0090] 在根据本发明的一个优选实施方案中,用于方法步骤a1)的含有异麦芽酮糖醇的初始溶液通过选择性氢化,特别是通过借助氢化催化剂的选择性氢化获得,所述氢化催化剂特别是包含钨或氧化钨和催化剂载体,特别是由其组成。

[0091] 在根据本发明的一个优选实施方案中,用于方法步骤a1)的含有异麦芽酮糖醇的初始溶液通过选择性氢化(特别是通过利用氢化催化剂的选择性氢化)获得,所述氢化催化剂包含镍、雷尼镍或负载镍,特别是由其组成。

[0092] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤a1)中获得的含有异麦芽酮糖醇的初始溶液具有50至95℃,特别是55至90℃,特别是60至85℃,特别是65℃至80℃,优选65至70℃的温度。

[0093] 在一个特别优选的实施方案中,与方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液相比,方法步骤a1)中获得的含有异麦芽酮糖醇的初始溶液的温度高出至少10℃,优选至少8℃,优选至少5℃,或优选至少3℃。优选地,将方法步骤a1)中获得的含有异麦芽酮糖醇的溶液冷却至优选用于方法步骤a)中的温度。

[0094] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤a1)在蒸发器中进行。

[0095] 在方法步骤a)之后且在方法步骤c)之前,根据本发明的方法包括在方法步骤b)中借助于闪蒸的成核。

[0096] 在根据本发明的优选实施方案中,在方法步骤a)之后和方法步骤b)之前调节含有异麦芽酮糖醇的溶液的温度。优选地,根据本发明,在闪蒸之前,即在方法步骤a)之后且在方法步骤b)之前,将所供应的含有异麦芽酮糖醇溶液的温度调节至50至90℃,优选55至80℃,特别优选60至75℃。

[0097] 优选地,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液具有50至90℃,优选55至80℃,特别优选60至75℃的温度。

[0098] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据方法步骤b)的闪蒸连续地进行。

[0099] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据方法步骤b)的闪蒸不连续地进行。

[0100] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤a)之后且在方法步骤c)之前,在根据方法步骤b)的闪蒸期间,绝对压力降低至少5%,优选至少10%,优选至少50%,优选至少70%,或优选至少90%(各自基于最初占主导地位的绝对大气压)。

[0101] 与方法步骤b)相比,方法步骤a1)、a)、c)、d)和e)优选在增加的压力下进行。

[0102] 与方法步骤b)相比,方法步骤a)、c)、d)和e)优选在增加的压力下进行。

[0103] 与方法步骤b)相比,方法步骤a1)、a)、d)和e)优选在增加的压力下进行。

[0104] 与方法步骤b)相比,方法步骤a)、d)和e)优选在增加的压力下进行。

[0105] 方法步骤a1)、a)、c)、d)和e)优选在大气压下进行。

[0106] 方法步骤a)、c)、d)和e)优选在大气压下进行。

[0107] 方法步骤a1)、a)、d)和e)优选在大气压下进行。

[0108] 方法步骤a)、d)和e)优选在大气压下进行。

[0109] 在一个特别优选的实施方案中,如果方法步骤c)以冷却结晶或等温结晶的形式进行,则方法步骤c)在大气压下进行。如果方法步骤c)作为蒸发结晶进行,则方法步骤c)优选在与大气压相比降低的压力(特别是真空)下进行。

[0110] 在根据本发明的一个特别优选的实施方案中,在方法步骤a)之后且在方法步骤c)之前,在根据方法步骤b)的闪蒸期间,绝对压力降低,优选降低到10至500mbar,优选降低到20至400mbar,优选30至300mbar,优选50至200mbar,优选90至110mbar,特别是90至100mbar。

[0111] 在根据本发明的另一个优选实施方案中,在方法步骤a)之后且在方法步骤c)之前,在根据方法步骤b)的闪蒸期间,绝对压力降低到至多500mbar,优选至多400mbar,优选至多300mbar,优选至多200mbar,优选至多150mbar,优选至多100mbar,优选至多80mbar,优选至多50mbar,优选至多20mbar,优选至多10mbar。

[0112] 在根据本发明的另一个优选实施方案中,在方法步骤a)之后且在方法步骤c)之前,根据方法步骤b)的闪蒸在30至70℃,优选35至65℃,优选30至60℃,优选40至60℃,优选45至55℃,优选50至55℃的温度下进行。

[0113] 在根据本发明的另一个优选实施方案中,在方法步骤a)之后且在方法步骤c)之前,根据方法步骤b)的闪蒸在30至70℃,优选35至65℃,优选40至60℃,优选30至60℃,优选45至55℃,优选50至55℃的温度下,并且在降低的绝对压力,优选10至500mbar,优选20至400mbar,优选30至300mbar,优选50至200mbar,优选90至110mbar下进行,特别是在90至100mbar和50至55℃下进行。

[0114] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤a)之后且在方法步骤c)之前,在根据方法步骤b)的闪蒸期间,使方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液经受降低的绝对压力,使得方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液中所含的溶解的1,1-GPM的量的10%至50%,特别是15%至40%,特别是20%至30%进入第一结晶相,因此实现了1,1-GPM在第一结晶相中的富集和1,6-GPS在第一液相中的富集。

[0115] 优选地,方法步骤b)可以进行2分钟至12小时,3分钟至10小时,优选4分钟至9小时,优选1至12小时,优选2至8小时,优选3至7小时,优选4至6小时,优选1至5小时,优选2至5小时,优选3至5小时,优选4至5小时,优选5小时。

[0116] 在根据本发明的一个优选实施方案中,进行方法步骤b),使得在方法步骤b)期间,方法步骤a)中存在的溶解的1,1-GPM的20%至30%进入第一结晶相(基于方法步骤a)中提供的溶液中1,1-GPM的干物质(TS)的总重量)。

[0117] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤a)之后且在方法步骤c)之前进行根据方法步骤b)的闪蒸,使得在方法步骤b)期间,方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇溶液的干物质含量增加1至10重量%,优选1至8重量%,优选1至6重量%(基于所提供的含有异麦芽酮糖醇溶液以及所获得的含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液的干物质(TS)的总重量)。

[0118] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在根据方法步骤b)进行闪蒸之后获得的含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液的第一结晶相中,1,1-GPM的含量为57至100重量%,优选60至100重量%,优选62至99重量%,优选65至99重量%,优选67至95重量%的1,1-GPM,并且

1,6-GPS的含量为0至43重量%,优选0至40重量%,优选1至38重量%,优选1至35重量%,优选5至33重量%的1,6-GPS(各自基于方法步骤b)之后获得的悬浮液的第一结晶相的干物质的总重量)。

[0119] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在根据方法步骤b)进行闪蒸之后获得的含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液的第一液相中,1,1-GPM的含量为25至35重量%,优选28至34重量%,优选29至33重量%,优选30至32重量%,优选31重量%的1,1-GPM,并且1,6-GPS的含量为65至75重量%,优选66至72重量%,优选67至71重量%,优选68至70重量%,优选68重量%的1,6-GPS(各自基于方法步骤b)之后第一液相中剩余的干物质的总重量)。

[0120] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在根据方法步骤b)进行闪蒸之后获得的含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液的第一液相中,干物质含量为56至80重量%,优选69至74重量%,优选70至73重量%,优选71至72重量%(基于方法步骤b)之后存在的第一悬浮液的总重量)。

[0121] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤b)期间不进行接种,特别是异麦芽酮糖醇、1,1-GPM和/或1,6-GPS的接种。

[0122] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据方法步骤c)的结晶过程在结晶器中进行。

[0123] 在方法步骤c)中,含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液优选经受不使异麦芽酮糖醇在所使用的第一液相中完全溶解的条件,使得异麦芽酮糖醇,优选1,1-GPM发生进一步结晶,特别是第一结晶相进一步富含1,1-GPM并且第一液相进一步富含1,6-GPS,以获得包含第二结晶相和第二液相的第二悬浮液,其中第二结晶相优选富含1,1-GPM,并且第二液相优选富含1,6-GPS。在一个优选的实施方案中,1,6-GPS和1,1-GPM由此以部分溶解和部分不溶解的形式存在。

[0124] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据方法步骤c)的结晶可以连续进行。

[0125] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据方法步骤c)的结晶可以不连续地进行。

[0126] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤c)中的结晶是等温结晶、冷却结晶和/或蒸发结晶,特别是多级蒸发结晶。

[0127] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤c)中,对由方法步骤b)获得的含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液进行结晶,优选等温结晶。根据本发明,优选当使用等温结晶时,将含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液的温度调节至50至60℃,优选52至60℃,优选54至60℃,优选51至59℃,优选52至59℃,优选53至59℃,优选54至59℃,优选52至58℃,优选53至57℃,优选53至58℃,优选54至58℃,优选54至57℃,或优选54至56℃。

[0128] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤c)中的等温结晶的温度为50至60℃,优选51至60℃,优选52至60℃,优选53至59℃,优选50至59℃,优选51至59℃,优选52至58℃,优选53至58℃,优选54至60℃,优选54至58℃,优选54至56℃,优选53至53℃ 57℃,优选53至56℃,或优选54至56℃。在根据本发明的一个特别优选的实施方案中,步骤c)中进行的等温结晶在步骤c)中设定的温度下进行,其中释放的结晶能量被连续耗散。

[0129] 在本发明的一个优选实施方案中,方法步骤c)中含有异麦芽酮糖醇的悬浮液的等温结晶进行10至100小时,优选20至100小时,优选20至80小时,优选20至60小时,优选20至

52小时,优选20至40小时,优选30至80小时,优选30至70小时,优选30至60小时,优选30至50小时或优选30至40小时。

[0130] 以有利的方式,通过等温结晶进行方法步骤c)导致均匀的晶体尺寸分布,不受理论的束缚,这是因为随着结晶的进行,过饱和度稳定降低,这使得随后形成细晶粒的风险最小化。此外,这种操作模式导致用于结晶的反应器的使用寿命延长,因为与其他结晶(特别是使用冷却坡道梯度(Kühlrampe)的冷却结晶)相比,可以观察到沉积物的形成减少和/或结垢减少。不受理论的束缚,沉积物和/或结垢的形成减少基于所使用的冷却元件和所使用的含有异麦芽酮糖醇的悬浮液(浆料)之间仅存在小的温差。

[0131] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤c)中,对由方法步骤b)获得的含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液进行结晶,优选冷却结晶。根据本发明,当使用冷却结晶时,方法步骤c)中冷却结晶的温度优选以至多2K/h,优选至多1K/h,优选至多0.8K/h,优选至多0.6K/h,优选至多0.4K/h,优选至多0.2K/h,特别优选至多0.1K/h逐步降低,以便另外增加富含1,1-GPM的晶体的产率。优选的是0.8至1.5K/h的冷却速率,优选在65°C的温度下开始并在37°C下结束。

[0132] 在本发明的一个优选实施方案中,方法步骤c)中含有异麦芽酮糖醇的悬浮液的冷却结晶进行10至100小时,优选20至100小时,优选20至80小时,优选20至60小时,优选20至52小时,优选20至40小时,优选30至80小时,优选30至70小时,优选30至60小时,优选30至50小时或优选30至40小时的时间段。

[0133] 在根据本发明的一个优选实施方案中,结晶(特别是蒸发结晶,特别是多级蒸发结晶)是通过在方法步骤c)中增加由方法步骤b)获得的含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液的浓度来进行的,特别是增加含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液的液相中的异麦芽酮糖醇的浓度,特别是通过多效蒸发器。

[0134] 在根据本发明的一个优选实施方案中,多效蒸发器具有至少两个反应器,优选至少3个反应器,优选至少4个反应器,优选至少5个反应器,优选至少6个反应器,优选至少7个反应器,优选至多3个反应器,优选至多4个反应器,优选至多5个反应器,优选至多6个反应器,优选至多7个反应器。

[0135] 在根据本发明的一个优选实施方案中,多效蒸发器除去至少一种溶剂(优选一种溶剂,优选多种溶剂,特别优选水和至少一种醇)的全部或一部分。优选地,根据本发明,优选调节方法步骤c)中的含有异麦芽酮糖醇的第二悬浮液的液相中异麦芽酮糖醇的浓度,使得溶剂的量不足以在预定温度下溶解全部量的异麦芽酮糖醇。

[0136] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤c)中的多效蒸发器中的压力为0.01至2巴,优选0.01至1巴,优选0.01至0.5巴,优选0.1至1巴,优选0.1至0.5巴。

[0137] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤c)中在多效蒸发器的各个反应器中的蒸发结晶在每种情况下(即每个反应器中)是等温结晶。

[0138] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤c)中的多效蒸发器中的后续反应器中的压力与前面的反应器中相比降低至少5%,优选至少10%,优选至少12%,优选至少15%,或优选至少20%。

[0139] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤c)中的多效蒸发器中的后续反应器中的温度与前面的反应器中相比降低至少5%,优选至少10%,优选至少12%,优选至少

15%,或优选至少20%。

[0140] 富含1,1-GPM的第二结晶相和富含1,6-GPS的第二液相中1,1-GPM和1,6-GPS的量之比可以通过温度和/或压力(特别是多效蒸发器中的各个反应器中的温度分布和/或压力分布)来调节。

[0141] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤c)中的含有异麦芽酮糖醇的悬浮液的蒸发结晶(特别是通过多效蒸发器)进行1分钟至14小时的时间段。

[0142] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤c)的结晶期间不发生晶种(特别是异麦芽酮糖醇、1,1-GPM和/或1,6-GPS)的接种。

[0143] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在该方法期间,特别是在根据本发明的优选的方法步骤c)中的等温结晶期间,不发生晶种(特别是异麦芽酮糖醇、1,1-GPM和/或1,6-GPS)的接种。

[0144] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤b)和c)期间不进行晶种(特别是异麦芽酮糖醇、1,1-GPM和/或1,6-GPS)的接种。

[0145] 在根据本发明的另一个优选实施方案中,在方法步骤c)中添加纯的或几乎纯的形式的结晶异麦芽酮糖醇、1,1-GPM或1,6-GPS作为晶种。将晶种引入到含有异麦芽酮糖醇的溶液中后,更易溶解的1,6-GPS晶体溶解,而不易溶解的1,1-GPM晶体则作为结晶核保留。

[0146] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤c)中的富含1,1-GPM的第二结晶相具有1,1-GPM和1,6-GPS的混合物,其具有57至99重量%的1,1-GPM和43至1重量%的1,6-GPS,优选60至80重量%的1,1-GPM和20至40重量%的1,6-GPS,优选60至75重量%的1,1-GPM和25至40重量%的1,6-GPS,优选65至75重量%的1,1-GPM和25至35重量%的1,6-GPS(各自基于第二结晶相的干物质(TS)的总重量)。

[0147] 在根据本发明的一个优选实施方案中,方法步骤c)中的富含1,6-GPS的第二液相具有1,1-GPM和1,6-GPS的混合物,其具有43至1重量%的1,1-GPM和57至99重量%的1,6-GPS,优选20至25重量%的1,1-GPM和80至75重量%的1,6-GPS(各自基于第二液相的干物质(TS)的总重量)。

[0148] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤d)中分离的第二结晶相具有至少60重量%,优选至少67重量%,优选至少75重量%,优选至少80重量%,优选至少85重量%,优选至少90重量%,或优选至少95重量%的1,1-GPM(各自基于第二结晶相的总重量(TS))。

[0149] 在一个特别优选的实施方案中,在方法步骤d)中分离的第二结晶相具有至少99重量%,特别是100重量%的1,1-GPM(基于第二结晶相的总重量(TS))。

[0150] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤d)中分离的第二结晶相具有至多40重量%,优选至多32重量%,优选至多25重量%,优选至多20重量%,优选至多15重量%,优选至多10重量%,或优选至多5重量%的1,6-GPM(各自基于第二结晶相的总重量(TS))。

[0151] 在一个特别优选的实施方案中,方法步骤d)中分离的第二结晶相具有至多1重量%,特别是0重量%的1,6-GPS(基于第二结晶相的总重量(TS))。

[0152] 在根据本发明的一个特别优选的实施方案中,在方法步骤d)中分离的结晶相不具有或几乎不具有1,6-GPS。

[0153] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤d)中分离的第二结晶相具有60至75重量%的1,1-GPM,特别是60至72重量%的1,1-GPM,优选65至71重量%,优选66至70重量%,67至69重量%,优选68重量%(各自基于第二结晶相的总重量)的1,1-GPM和25至40重量%,特别是28至40重量%的1,6-GPS,优选29至35重量%,优选30至34重量%,31至33重量%,优选32重量%的1,6-GPS(各自基于第二结晶相的总重量(TS))。

[0154] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤d)中分离的第二结晶相具有60至75重量%的1,1-GPM,特别是65至71重量%的1,1-GPM(各自基于第二结晶相的总重量)和25至40重量%,特别是29至35重量%的1,6-GPS(各自基于第二结晶相的总重量(TS))。

[0155] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤d)中分离的第二结晶相中所含的晶体的长宽比为7.0至10.5,特别是7.5至10.0,特别是7.5至9.0,特别是7.5至8.5,特别是8.0(各自为平均值)。

[0156] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤d)中分离的第二结晶相中所含的晶体的长宽比为6.5至10.0,特别是7.0至9.5,特别是7.5至9.0,特别是7.5至8.5,特别是7.8(各自为中位数)。

[0157] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤d)中分离的第二液相具有15至32重量%,优选17至30重量%,优选19至28重量%,20至26重量%,优选21至24重量%的1,1-GPM(各自基于第二液相的干物质(TS)的总重量)。

[0158] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤d)中分离的第二液相具有至少72重量%,优选至少75重量%,优选至少80重量%,优选至少85重量%,或优选至少90重量%的1,6-GPS(各自基于第二液相的干物质(TS)的总重量)。

[0159] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤d)中分离的第二液相具有68至85重量%,优选70至83重量%,优选72至81重量%,74至80重量%,优选76至79重量%的1,6-GPS(各自基于第二液相的干物质(TS)的总重量)。

[0160] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤d)中分离的第二液相具有15至32重量%的1,1-GPM,优选17至30重量%,优选19至28重量%,优选20至26重量%,优选21至24重量%的1,1-GPM(各自基于第二液相的干物质(TS)的总重量)和68至85重量%的1,6-GPS,优选70至83重量%,优选72至81重量%,优选74至80重量%,优选76至79重量%的1,6-GPS(各自基于第二液相的干物质(TS)的总重量)。

[0161] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤d)中分离的第二液相具有15至32重量%的1,1-GPM(基于第二液相的干物质(TS)的总重量)和68至85重量%的1,6-GPS(基于第二液相的干物质(TS)的总重量)。

[0162] 在根据本发明的一个优选实施方案中,所分离的富含1,1-GPM的第二结晶相含有至多20重量%的水,优选至多18重量%的水,优选至多15重量%的水,优选至多13重量%的水,优选5至20重量%的水,优选8至18重量%的水,优选10至15重量%的水,或优选11至13重量%的水(各自基于富含1,1-GPM的第二结晶相的总重量)。

[0163] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤d)中通过倾析、过滤、沉降或离心,特别是优选通过离心,将富含1,1-GPM的第二结晶相与富含1,6-GPS的第二液相分离。根据本发明提供的分离,特别是离心,导致第二液相与富含1,1-GPM的第二结晶相分离,而第二液相富含1,6-GPS。

[0164] 所分离的富含1,1-GPM的第二结晶相可以在进一步纯化和浓缩步骤中进一步加工成富含1,1-GPM的组合物,特别是纯度为至少95重量%,优选至少96重量%,优选至少97重量%,优选至少98重量%或优选至少99重量%的结晶1,1-GPM(各个1,1-GPM的重量基于组合物的总重量(TS))。

[0165] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤d)之后,将富含1,1-GPM的第二结晶相干燥,并在方法步骤e)中获得富含1,1-GPM的异麦芽酮糖醇的固态组合物。

[0166] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤d)之后,将富含1,6-GPS的第二液相浓缩至少一次,优选浓缩至少两次或优选浓缩至少三次,并且在方法步骤e)中获得富含1,6-GPS的异麦芽酮糖醇的液态组合物。

[0167] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤d)之后,将富含1,6-GPS的第二液相浓缩到至少60重量%,优选至少65重量%,优选至少70重量%,优选至少75重量%,优选至少80重量%,优选至少85重量%,优选至少90重量%,或优选至少95重量%的干物质含量(各自基于组合物的总重量),并且在方法步骤e)中获得富含1,6-GPS的异麦芽酮糖醇的液态组合物。

[0168] 在根据本发明的另一个优选实施方案中,在进一步纯化和浓缩步骤中处理富含1,6-GPS的第二液相以得到富含1,6-GPS(特别是结晶1,6-GPS)的异麦芽酮糖醇组合物,其干物质含量为至少95重量%,优选至少96重量%,优选至少97重量%,优选至少98重量%,或优选至少99重量%(各自基于异麦芽酮糖醇组合物的干物质(TS)的总重量)。

[0169] 在根据本发明的一个优选实施方案中,通过浓缩并随后冷却结晶富含1,6-GPS的第二液体,从富含1,6-GPS的第二液相获得富含1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物;优选地,冷却结晶在40至60℃,优选50至60℃,优选40至50℃,或优选45至55℃的温度范围内,并且优选以0.1至0.3K/h,优选0.2至0.3K/h,或优选0.1至0.2K/h的冷却速率进行。任选地在相同条件下重复浓缩和冷却结晶直至获得所需量的晶体。

[0170] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤d)之后,将富含1,6-GPS的第二液相干燥,并且在方法步骤e)中获得富含1,6-GPS的异麦芽酮糖醇的固态组合物。

[0171] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤d)之后干燥富含1,6-GPS的第二液相并在方法步骤e)中获得富含1,6-GPS的异麦芽酮糖醇的固态组合物,特别是结晶相产物。

[0172] 在根据本发明的一个优选实施方案中,经干燥的富含1,6-GPS的组合物优选含有0.05至6重量%的水,优选2.0至3.0重量%的水,优选0.05至2.5重量%的水,优选0.05至1重量%水,优选0.1至0.5重量%水,优选0.1至0.5重量%水,优选最多6.0重量%的水,优选最多4.0重量%的水,优选最多2.5重量%的水,优选最多2.0重量%的水,优选最多1.0重量%的水或优选最多0.5重量%的水(各自基于富含1,6-GPS的结晶组合物的总重量)。

[0173] 另一方面,本发明提供了可通过本发明的方法生产,特别是通过本发明的方法生产的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物。

[0174] 在根据本发明的一个优选实施方案中,富含1,1-GPM的异麦芽酮糖醇组合物具有60至72重量%,优选65至71重量%,优选66至70重量%,优选67至69重量%,优选67或68重量%的1,1-GPM(各自基于富含1,1-GPM的组合物的干物质(TS)的总重量)。

[0175] 在根据本发明的又一个优选实施方案中,本发明的富含1,6-GPS的异麦芽酮糖醇

组合物具有15至32重量%的1,1-GPM,优选17至30重量%,优选19至28重量%,优选20至26重量%,优选21至24重量%的1,1-GPM和68至85重量%,特别是70至83重量%,特别是72至81重量%,特别是74至80重量%,特别是76至79重量%的1,6-GPS(各自基于富含1,6-GPS的组合物的干物质(TS)的总重量)。

[0176] 在一个优选的实施方案中,本发明涉及一种富含1,1-GPM的异麦芽酮糖醇组合物,其具有60至75重量%的1,1-GPM和25至40重量%的1,6-GPS,特别是可通过根据本发明的方法生产的组合物(各自基于组合物的干物质(TS)的总重量)。

[0177] 在一个优选的实施方案中,本发明涉及一种富含1,1-GPM的异麦芽酮糖醇组合物,其具有60至75重量%的1,1-GPM和25至40重量%的1,6-GPS(各自基于1,1-GPM和1,6-GPS总量的干物质),特别是可通过根据本发明的方法生产的,特别是具有至少60重量%的1,1-GPM含量(基于组合物的干物质(TS)的总重量)。

[0178] 在一个优选的实施方案中,本发明涉及一种富含1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物,其具有15至32重量%的1,1-GPM和68至85重量%的1,6-GPS,特别是可通过根据本发明的方法生产的组合物(各自基于组合物的干物质(TS)的总重量)。

[0179] 在一个优选的实施方案中,本发明涉及一种富含1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物,其具有15至32重量%的1,1-GPM和68至85重量%的1,6-GPS(各自基于1,1-GPM和1,6-GPS总量的干物质),特别是可通过根据本发明的方法生产的,特别是具有至少68重量%的1,6-GPS含量(基于组合物的干物质(TS)的总重量)。

[0180] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤e)中获得的富含1,1-GPM的异麦芽酮糖醇组合物具有至少61重量%,优选至少75重量%,优选至少80重量%,优选至少85重量%,优选至少90重量%,优选至少94重量%,优选至少95重量%,优选至少96重量%,优选至少99重量%,优选75至95重量%,优选75至90重量%,优选75至85重量%,或优选80至99重量%的1,1-GPM(各自基于富含1,1-GPM的异麦芽酮糖醇组合物的干物质(TS)的总重量)。

[0181] 在根据本发明的一个优选实施方案中,在方法步骤e)中获得的富含1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物具有至少72重量%,优选至少75重量%,优选至少80重量%,优选至少85重量%,优选至少90重量%,优选至少95重量%,优选至少99重量%,优选72至95重量%,优选72至90重量%,优选72至85重量%,或优选80至99重量%的1,6-GPS(各自基于富含1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物的干物质(TS)的总重量)。

[0182] 在根据本发明的一个优选实施方案中,富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物以结晶形式存在。

[0183] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM的异麦芽酮糖醇组合物优选是一种或多种具有如上所述特性的根据本发明的优选的富含1,1-GPM的异麦芽酮糖醇组合物,其中包含的晶体的长宽比为7.0至10.5,特别是7.5至10.0,特别是7.5至9.0,特别是7.5至8.5,特别是8.0(各自为平均值)。

[0184] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM的异麦芽酮糖醇组合物优选是一种或多种具有如上所述特性的根据本发明的优选的富含1,1-GPM的异麦芽酮糖醇组合物,其中包含的晶体的长宽比为6.5至10.0,特别是7.0至9.5,特别是7.5至9.0,特别是7.5至8.5,特别是7.8(各自为中值)。

[0185] 在一个进一步优选的实施方案中,富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物以半结晶或非晶态形式存在。

[0186] 在根据本发明的一个优选实施方案中,除了1,1-GPM和1,6-GPS组分之外,根据本发明的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物还具有至少一种选自以下的其他组分:甘露糖醇、山梨糖醇、蔗糖、1,1-GPS(1-0- α -D-吡喃葡萄糖基-D-山梨糖醇),糖基山梨糖醇(glycosylglycitolen)、脱氧二糖醇、GPI(吡喃葡萄糖基-艾杜糖醇)、异麦芽糖、异麦芽酮糖和异松三糖。

[0187] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物具有0.01至0.3重量%的甘露糖醇,优选0.01至0.2重量%,优选0.01至0.1重量%,优选0.01至0.06重量%,0.02至0.3重量%,优选0.02至0.2重量%,优选0.02至0.1重量%,或优选0.02至0.06重量%,优选至多0.3重量%的甘露糖醇,优选至多0.2重量%,优选至多0.1重量%,或优选至多0.06重量%(各自基于富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物的总重量(TS))。

[0188] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物不含甘露糖醇。

[0189] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物具有0.01至0.4重量%的山梨糖醇,优选0.01至0.2重量%,优选0.01至0.1重量%,优选0.01至0.04重量%,优选0.02至0.4重量%,优选0.02至0.02重量%,优选0.02至0.1重量%,或优选0.02至0.04重量%,优选至多0.4重量%的山梨糖醇,优选至多0.2重量%,优选至多0.1重量%,或优选至多0.04重量%(各自基于富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物的总重量(TS))。

[0190] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物不含山梨糖醇。

[0191] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物具有0.01至2重量%的蔗糖,优选0.01至1重量%,优选0.01至0.6重量%,优选0.01至0.4重量%,或优选0.01至0.1重量%,优选至多2重量%的蔗糖,优选至多1重量%,优选至多0.6重量%,优选至多0.4重量%,或优选至多0.1重量%(各自基于富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物的总重量(TS))。

[0192] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物不含蔗糖。

[0193] 在一个优选实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物具有0.1至10重量%的1,1-GPS,优选0.1至8重量%,优选0.1至6重量%,优选0.1至4重量%,优选0.1至2重量%,优选0.1至1重量%,优选0.1至0.6重量%,优选0.1至0.4重量%,优选0.1至0.2重量%,优选0.2至10重量%,优选0.2至8重量%,优选0.2至6重量%,优选0.2至4重量%,优选0.2至2重量%,优选0.2至1重量%,优选0.2至0.6重量%,或优选0.2至0.4重量%,优选至多10重量%的1,1-GPS,优选至多8重量%,优选至多6重量%,优选至多4重量%,优选至多2重量%,优选至多1重量%,优选至多0.6重量%,优选至多0.4重量%,或优选至多0.2重量%(各自基于富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物的总重量(TS))。

[0194] 在根据本发明的一个特别优选的实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物不含1,1-GPS。

[0195] 在根据本发明的一个特别优选的实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物具有0.01至2重量%的糖基山梨糖醇,优选0.01至1重量%,优选0.01至0.6重量%,优选0.01至0.4重量%,优选0.01至0.1重量%,优选0.03至2重量%,优选0.03至1重量%,优选0.03至0.6重量%,优选0.03至0.4重量%,优选0.03至0.1重量%,或优选0.03至0.1重量%,优选至多2重量%的糖基山梨糖醇,优选至多0.6重量%,优选至多0.4重量%,或优选至多0.1重量%(各自基于富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物的总重量(TS))。

[0196] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物不含糖基山梨糖醇。

[0197] 在根据本发明的一个特别优选的实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物具有0.01至2重量%的脱氧二糖醇,优选0.01至1重量%,优选0.01至0.6重量%,优选0.01至0.2重量%,优选0.01至0.1重量%,优选0.03至2重量%,优选0.03至1重量%,优选0.03至0.6重量%,优选0.03至0.2重量%,或优选0.03至0.1重量%,优选至多2重量%的脱氧二糖醇,优选至多1重量%,优选至多0.6重量%,优选至多0.2重量%,或优选至多0.1重量%(各自基于富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物的总重量(TS))。

[0198] 在根据本发明的一个特别优选的实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物不含脱氧二糖醇。

[0199] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物具有0.01至2重量%的GPI,优选0.01至1重量%,优选0.01至0.6重量%,优选0.01至0.4重量%,或优选0.01至0.1重量%,优选至多2重量%的GPI,优选至多1重量%,优选至多0.6重量%,优选至多0.4重量%,或优选至多0.1重量%(各自基于富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物的总重量(TS))。

[0200] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物不含GPI。

[0201] 在根据本发明的一个特别优选的实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物具有0.01至2重量%的异麦芽糖,优选0.01至1重量%,优选0.01至0.6重量%,优选0.01至0.4重量%,或优选0.01至0.1重量%,优选至多2重量%的GPI,优选至多1重量%,优选至多0.6重量%,优选至多0.4重量%,或优选至多0.1重量%(各自基于富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物的总重量(TS))。

[0202] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物不含异麦芽糖。

[0203] 在根据本发明的一个特别优选的实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物具有0.01至2重量%的异松三糖,优选0.01至1重量%,优选0.01至0.6重量%,优选0.01至0.4重量%,或优选0.01至0.1重量%,优选至多2重量%的GPI,优选至多1重量%,优选至多0.6重量%,优选至多0.4重量%,或优选至多0.1重量%(各自基于富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物的总重量(TS))。

[0204] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物不含异松三糖。

[0205] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物具有这样的粒度分布,根据该粒度分布,至少90%的颗粒具有的粒度,特别是直径为100至1000 μm ,优选100至800 μm ,优选100至200 μm ,优选100至500 μm ,优选200至800 μm ,优选300至600 μm ,优选20至80 μm ,优选40至80 μm ,或优选50至100 μm 。

[0206] 在根据本发明的一个优选实施方案中,根据本发明的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物具有这样的粒度分布,根据该粒度分布,至少90%的颗粒具有的粒度(特别是直径)为至多1000 μm ,优选至多800 μm ,优选至多600 μm ,优选至多500 μm ,优选至多400 μm ,优选至多200 μm ,优选至多100 μm ,优选至多80 μm ,优选至多40 μm ,优选至多20 μm 。

[0207] 另一方面,本发明还提供了通过根据本发明的方法生产的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物在供人和/或动物消费的产品中的用途。优选地,用于人或动物消费的产品是食品或享乐品或药品。

[0208] 在根据本发明的一个优选实施方案中,食品或享乐品是糖果、糖果馅料、软焦糖、硬焦糖、软糖料、酸奶、饼干、口香糖、冰淇淋、牛奶、奶制品、饮料、果汁、浓缩果汁、水果制品、果酱、果冻或冰沙。

[0209] 在本发明的上下文中,术语“异麦芽酮糖醇”或“氢化的异麦芽酮糖”优选被理解为意指包含1,1-GPM和1,6-GPS或由其组成的混合物,特别是包含35至61重量%的1,1-GPM和65至39重量%的1,6-GPS或由其组成的混合物;特别是包含等摩尔或接近等摩尔的1,1-GPM和1,6-GPS或由其组成的混合物。因此,异麦芽酮糖醇还可以被理解为包含1,1-GPM和1,6-GPS或由其组成的混合物,其中1,1-GPM与1,6-GPS不是等摩尔比的,而是1,1-GPM含量高于1,6-GPS含量或者1,6-GPS-含量高于1,1-GPM含量。

[0210] 在一个特别优选的实施方案中,异麦芽酮糖醇不具有除了两种组分1,1-GPM和1,6-GPS之外的组分。

[0211] 在一个特别优选的实施方案中,异麦芽酮糖醇除了两种组分1,1-GPM和1,6-GPS之外,还具有一种或多种其他组分,例如甘露糖醇、山梨糖醇、蔗糖、1,1-GPS(1-0- α -D-吡喃葡萄糖基-D-山梨糖醇)、糖基山梨糖醇、脱氧二糖醇、GPI(吡喃葡萄糖基-艾杜糖醇)、异麦芽糖、异麦芽酮糖、异松三糖、氢化或非氢化的寡糖(特别是氢化或非氢化的三糖)或/和其他化合物。

[0212] 在本发明的上下文中,根据本发明获得的富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物优选被理解为富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇,即在富含1,1-GPM的情况下,组合物中存在的1,1-GPM含量高于1,6-GPS,并且在富含1,6-GPS的情况下,组合物中存在的1,6-GPS含量高于1,1-GPM。

[0213] 在本发明的上下文中,根据本发明获得的富含1,1-GPM的相或根据本发明获得的富含1,1-GPM的异麦芽酮糖醇组合物应当被理解为特别是这样的相或混合物,其中包含至少57重量%的1,1-GPM,优选至少60,特别是至少70,特别是至少80,特别是至少90,特别是至少95,特别是至少98,特别是至少99重量%的1,1-GPM和至多43重量%的1,6-GPS,特别是至多40,特别是至多30,特别是至多20,特别是至多10,特别是至多5,特别是至多2,特别是至多1重量%的1,6-GPS(各自基于存在于相或组合物中的1,6-GPS和1,1-GPM的干物质的总

重量)。

[0214] 在本发明的上下文中,根据本发明获得的富含1,6-GPS的相或根据本发明获得的富含1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物应当被理解为这样的相或混合物,其中包含至少57重量%的1,6-GPS,优选至少60,特别是至少70,特别是至少80,特别是至少90,特别是至少95,特别是至少98,特别是至少99重量%的1,6-GPS和至多43重量%的1,1-GPM,特别是至多40,特别是至多30,特别是至多20,特别是至多10,特别是至多5,特别是至多2重量%,特别是至多1重量%的1,1-GPM(各自基于存在于相或组合物中的1,6-GPS和1,1-GPM的干物质的总重量)。

[0215] 在一个优选的实施方案中,富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物也可以是富含1,1-GPM和/或1,6-GPS的相。根据本发明,特别是根据方法步骤e)获得的富含1,1-GPM的相和富含1,1-GPM的异麦芽酮糖醇组合物具有比根据本发明(特别是根据方法步骤a))中为了其制备所用的含有异麦芽酮糖醇的溶液更高的1,1-GPM含量。根据本发明,特别是根据方法步骤e)获得的富含1,6-GPS的相和富含1,6-GPS的组合物具有比根据本发明(特别是根据方法步骤a))中为了其制备所用的含有异麦芽酮糖醇的溶液更高的1,6-GPS含量。

[0216] 在一个优选的方式中,富含1,1-GPM的相或组合物中的1,1-GPM含量比含有异麦芽酮糖醇的溶液中的1,1-GPM含量增加至少5,至少10,至少15,至少20,至少30,至少40,至少50,至少60,至少70,至少80,至少90,至少100,至少150并且特别是至少200重量%(各自基于根据方法步骤a)提供的异麦芽酮糖醇溶液中的1,1-GPM含量)。

[0217] 在一个优选的方式中,富含1,6-GPS的相或组合物中的1,6-GPS含量比含有异麦芽酮糖醇的溶液中的1,6-GPS含量增加至少5,至少10,至少15,至少20,至少30,至少40,至少50,至少60,至少70,至少80,至少90,至少100,至少150并且特别是至少200重量%(各自基于根据方法步骤a)提供的异麦芽酮糖醇溶液中的1,6-GPS含量)。

[0218] 在本发明的上下文中,术语“成核”被理解为是指晶核形成,即引发一级相变的第一子过程。通过晶核形成,由已经存在的亚稳相(优选过饱和相)中的核形成在给定条件下热力学稳定的新相。

[0219] 在本发明的上下文中,术语“过饱和溶液”或“过饱和相”应当被理解为表示溶液的亚稳态,该溶液含有比溶质在给定温度下的对应溶解度更大量的溶质。这种过饱和溶液优选通过在过量溶质沉淀(特别是结晶)之前缓慢冷却饱和溶液、蒸发部分溶剂或者冷却饱和溶液和蒸发部分溶剂的组合来形成。

[0220] 在本发明的上下文中,术语“闪蒸”应理解为意指减压蒸发,即当填充有液体的反应器中的压力降低时产生蒸气。闪蒸使含有异麦芽酮糖醇的溶液的过饱和度增加,这与作用在溶液上的剪切力结合导致成核。在闪蒸器中,当填充有液体的反应器中的压力降低时,特别是当液体在闪蒸期间进入过热的反应器时,产生蒸气。以这种方式引起的能量转移导致溶液特别是过饱和溶液的冷却,同时干物质含量增加,从而发生成核。当压力降低时,在填充有饱和或过饱和液体和相关蒸气相的反应器中发生闪蒸。

[0221] 优选地,根据本发明,闪蒸可以连续或不连续地进行。在根据本发明优选进行的连续闪蒸中,将含有异麦芽酮糖醇的溶液连续进料至反应器,同时排出根据本发明通过闪蒸获得的晶体浆料悬浮液。

[0222] 在本发明的上下文中,术语“等温结晶”应当被理解为意指溶液或悬浮液的结晶,

该溶液或悬浮液保持在恒定的结晶温度下直至结晶完成或直至达到一定量的组分(特别是富含1,1-GPM的结晶相或富含1,6-GPS的结晶相)已从溶液或悬浮液中结晶出来。

[0223] 在本发明的上下文中,富含1,1-GPM或富含1,6-GPS相应当被理解为在每种情况下意指具有相似物理和化学性质(例如液相或结晶相)的富含1,1-GPM或富含1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物。因此,这样的相具有至少富含1,1-GPM和/或富含1,6-GPS中的任一种的异麦芽酮糖醇组合物,任选地还包含一种或多种溶剂。

[0224] 在本发明的上下文中,“多效蒸发器”应当被理解为其中溶液或悬浮液在低温下多级结晶的蒸发器。在多效蒸发器中,使溶液在连续的几个阶段中沸腾,其中连续的反应器中的每一个具有比前一个反应器更低的压力。由于串联连接的一系列反应器中的压力降低,串联连接的一系列反应器中的溶剂的沸点依次降低。

[0225] 在本发明的上下文中,术语“冷却结晶”应当被理解为意指化合物从溶液或悬浮液中结晶出来的过程,其中通过降低温度直至结晶完成或直至达到一定量的组分(特别是富含1,1-GPM的结晶相或富含1,6-GPS的结晶相)已从溶液或悬浮液中结晶出来。

[0226] 在本发明的上下文中,术语“多级蒸发结晶”应当被理解为意指通过在多个反应器中结晶来富集结晶相,其中每个反应器具有不同的压力和/或温度水平。

[0227] 在本发明的上下文中,“相”应当被理解为悬浮液的连续或不连续的空间部分,其中存在均匀的基本相同的材料特性。因此,液相是悬浮液中以其液态聚集状态为特征的部分。结晶相是悬浮液中以其结晶且因此是固态聚集为特征的部分。

[0228] 在本发明的上下文中,“结晶相”或“液相”应当被理解为在根据方法步骤b)和c)的方法过程中形成的相。

[0229] 在本发明的上下文中,“降低的或下降的”绝对压力应当被理解为与绝对环境压力(特别是1巴的大气压力)相比降低的绝对压力。

[0230] 在本发明的上下文中,除非另有说明和/或明显,否则对于组分的组合物所示的各个组分的百分比总计为100重量%,即总组合物。

[0231] 在本发明的上下文中,术语“和/或”应当被理解为意指由术语“和/或”连接的集合的所有成员以任意组合彼此累积地表示,并且任选地彼此互相替代。举例来说,对于表述“A、B和/或C”,应当理解其包括以下公开内容:i) (A或B或C),或ii) (A和B),或iii) (A和C),或iv) (B和C),或v) (A和B和C)。

[0232] 在本发明的上下文中,“剪切”应当被理解为意指机械搅拌,其优选是运动,特别是搅拌。

[0233] 在本发明的上下文中,“搅拌器”应当被理解为特别是指转子-定子系统。

[0234] 在本发明的上下文中,“转子-定子系统”特别应当被理解为意指均化器。

[0235] 在本发明的上下文中,“转子”应当被理解为意指均化器的旋转部分,特别是在存在定子的情况下。

[0236] 在本发明的上下文中,“定子”应当被理解为意指均化器的不可移动部分,特别是在存在转子的情况下。

[0237] 在本发明的上下文中,转子是存在于定子、中心管中并且能够在中心管中旋转的螺旋桨搅拌器。

[0238] 在本发明的上下文中,“具有矩形形状的转子叶片”应当被理解为意指具有恒定叶

片深度的转子叶片。

[0239] 在本发明的上下文中,“具有梯形形状的转子叶片”应当被理解为意指具有沿着其长度减小的叶片深度的转子叶片。

[0240] 在本发明的上下文中,“具有双梯形形状的转子叶片”应当被理解为意指具有沿着其长度先增大然后减小的叶片深度的转子叶片。

[0241] 在本发明的上下文中,“具有矩形梯形形状的转子叶片”应当被理解为意指具有沿其长度恒定然后减小的叶片深度的转子叶片。

[0242] 在本发明的上下文中,“晶体”应当被理解为意指具有以晶体结构规则排列的构件(特别是分子)的固体形态。

[0243] 在本发明的上下文中,“反应器”应当被理解为意指容器(**Behältnis**),特别是容器(**Behälter**),特别是熟化容器,特别优选在其中进行方法步骤b)和/或方法步骤c)。

[0244] 在本发明的上下文中,“蒸发”应当被理解为意指液体或液体混合物转变为气态聚集态。

[0245] 在本发明的上下文中,“反渗透”应当被理解为意指渗透的反向原理,其中渗透描述了通过半透膜使两种液体的浓度相等的过程。反渗透优选在高于大气压的压力下进行。结果是,溶解的化合物(特别是异麦芽酮糖醇)保留在初始溶液或悬浮液中;而溶剂(特别是水)通过溶剂可渗透的(特别是水可渗透的)膜除去。

[0246] 在本发明的上下文中,“接种”应当被理解为意指将晶种添加至待接种的溶液或悬浮液中。

[0247] 在本发明的上下文中,“叶片尖端速度”也应当被理解为意指转子叶片尖端速度,其在尖端处(即转子叶片的外端部)测量。

[0248] 在本发明的上下文中,晶体的长宽比根据实施例2中描述的方法测定。

[0249] 从从属权利要求中,本发明的进一步有利的实施方案将变得显而易见。

[0250] 将参考实施例和比较例以及相关附图更详细地解释本发明。

附图说明:

[0251] 图1:1,1-GPM(GPM,3)、1,6-GPS(GPS,2)和异麦芽酮糖醇(Isomalt,1)在水中的根据Schiweck(H.Schiweck,alimenta 19,**Palatinit®**-Herstellung,technologische Eigenschaften und Analytik palatinithaltiger Lebensmittel,5-16,1980)的溶解度图,其中上述组分的溶解度限值显示随温度而变化,

[0252] 图2A至2D:来自实施例2.1的结晶产物的显微图像(放大倍数为x4),

[0253] 图3A至3D:来自实施例2.1的结晶产物的显微图像(放大倍数为x10),

[0254] 图4A至4D:来自实施例2.2的结晶产物的显微图像(放大倍数为x10和x20),

[0255] 图5A至5F:来自实施例2.3的结晶产物的显微图像(放大倍数为x4和x10),

[0256] 图6A至6F:来自实施例2.4的结晶产物的显微图像(放大倍数为x4和x10)。

[0257] 实施例1:

[0258] 通过方法步骤b)中的闪蒸和随后方法步骤c)中的等温结晶将异麦芽酮糖醇(氢化的异麦芽酮糖)分离成富含1,1-GPM和1,6-GPS的异麦芽酮糖醇组合物。

[0259] 异麦芽酮糖醇的两种主要成分,即1,1-GPM和1,6-GPS,在水溶液中具有不同的溶

度积(图1)。在悬浮液中,每种组分形成其自身的溶解度平衡。较容易结晶或难溶的组分1,1-GPM积聚在悬浮液的固态部分(结晶相)中,因为较难结晶或较易溶的组分1,6-GPS优先进入溶液或保留在溶液中。对于异麦芽酮糖醇在水中的悬浮液的相同浓度而言,所形成的平衡取决于温度。在相同温度下,溶液中1,6-GPS的比例随着悬浮液中干物质(TS)比例的增加而增加。1,1-GPM、1,6-GPS和异麦芽酮糖醇的溶解度图(图)显示每种组分的溶解度随着温度的升高而稳定增加。本发明利用了这一观察结果。将通过常规工艺步骤获得的含有异麦芽酮糖醇的溶液在方法步骤a1)中热稠化至干物质含量为70至85重量%。然后将由此获得并在方法步骤a)中提供的含有异麦芽酮糖醇的溶液(异麦芽酮糖醇含量为70至85重量%,基于溶液的总重量)(其中1,1-GPM的含量为35至44重量%,即40.7重量%;1,6-GPS含量为56至65重量%,即58.4重量%;0.01至2重量%的GPI;0.01至2重量%的糖基山梨糖醇;0.01至0.4重量%的山梨糖醇;0.001至2重量%的脱氧二糖醇;0.1至10重量%的1,1-GPS;和/或0.01至0.3重量%的甘露糖醇(各自基于含有异麦芽酮糖醇的溶液的干物质的总重量)达到60至75℃的温度,然后根据本发明方法的方法步骤b)进行闪蒸,以在所谓的成核器中进行晶核形成。将含有异麦芽酮糖醇的溶液的温度调节到60至75℃后,在50至200mbar,特别是90至100mbar的绝对压力和50至55℃的温度下进行闪蒸。由于绝对压力降低,蒸气压增加,引起的能量耗散导致1,1-GPM(其在水中的溶解度低于1,6-GPS)(参见根据Schiweck的溶解度,图1)根据其热力学溶度积转变为第一结晶相(最初约占初始溶液中存在的1,1-GPM的5%)。由于反应器中使用的搅拌器的几何结构以及由此连续产生的剪切力,连续形成更多的富含1,1-GPM的晶核。

[0260] 在长达5小时的停留时间之后,最初存在于初始溶液中的约25重量%的1,1-GPM已进入第一结晶相,其中在进行根据方法步骤b)所述的成核过程之后获得的第一液相具有31重量%的1,1-GPM和68重量%的1,6-GPS(基于溶液中干物质的总重量)。从方法步骤b)获得的含有异麦芽酮糖醇的第一悬浮液(其包含通过方法步骤b)获得的富含1,1-GPM的晶核)连续地经受在温度受控的结晶器中进行的根据方法步骤c)的结晶过程。在此过程中,富含1,1-GPM的晶核在50至60℃的温度范围(特别是56℃)的等温条件下继续生长成晶体,直到残余过饱和度被大部分消散。通过连续去除释放的结晶能来确保获得等温条件。通过将熟化容器(结晶器)的温度逐步缓慢地降低(至多0.5K/h,特别是至多0.1K/h)至55℃,富含1,1-GPM的晶体的产量额外增加,且不会对这些晶体的纯度产生负面影响。由此获得的第二悬浮液可以根据方法步骤d)通过合适的分离技术进行后处理(例如离心),其中由此获得的第二结晶相含有69.9重量%的1,1-GPM和29.8重量%的1,6-GPS(基于第二结晶相的干物质的总重量)并且分离的第二液相含有20.2重量%的1,1-GPM和78.6重量%的1,6-GPS(基于第二液相的干物质的总重量)。

[0261] 实施例2

[0262] 在下面的实施例中,将根据本发明的方法(实施例2.1)与已知的结晶方法(实施例2.2至2.4)进行比较。

[0263] 实验在2升冷却结晶器中进行。它配备有搅拌器和通过恒温器加热的双层夹套。晶体浆料的分离在加热的压力吸滤器或中试工厂离心机(Technikumszentrifuge)中进行。使用显微镜对晶体悬浮液中的晶体进行图像记录。使用Olympus Stream Motion软件进行图像分析。

- [0264] 对实验得到的富集相进行如下分析：
- [0265] -使用Karl Fischer法分析滤饼(第二结晶相)的水含量；
- [0266] -通过折光法分析滤液(第二液相)的水含量；
- [0267] -通过HPLC分析1,1-GPM含量和1,6-GPS含量；
- [0268] -长宽比分析：
- [0269] 使用Olympus相机(Olympus UC 90)和相关的Olympus软件以及Zeiss显微镜(Carl Zeiss Axiolab re),以4x和10x的放大倍数拍摄分散在甘油中的含有异麦芽酮糖醇的第二悬浮液(浆料)的微观晶体图像。使用图像分析软件Olympus Stream Motion测量通过随机发生器选择的每个晶体图像中至少二十个单独晶体的晶体长度和晶体宽度(最大特征晶体长度以及此外在90°角的最大特征晶体宽度),并通过计算确定所测量的长度与所测量的宽度的比,并由此确定平均值或中值。优选地,说明穿过显微晶体照片(晶体图像)的对角线作为随机发生器,并且该对角线上的所有晶体都允许清楚地区分和确定晶体长度和宽度,这用于确定长宽比,其中线上必须至少可识别二十个晶体。否则,拍摄并使用另一张显微图像。
- [0270] 在下表1中,给出了本实施例中使用的异麦芽酮糖醇溶液的基于异麦芽酮糖醇溶液的TS(干物质)和总质量的1,1-GPM和1,6-GPS含量。

[0271] 表1:初始异麦芽酮糖醇溶液的分析

	以 g/100gTS 表示的		以 g/100g 表示的	
	1,1-GPM 含量	1,6-GPS 含量	1,1-GPM 含量	1,6-GPS 含量
[0272] 实施例 2-1	40.40	57.39	31.4	44.6
实施例 2-2	46.08	51.39	22.6	25.2
实施例 2-3	46.63	51.00	36.2	39.6
实施例 2-4	46.66	51.30	36.2	39.8

- [0273] 实施例2.1(根据本发明)：
- [0274] 将根据实施例1的教导获得的第二悬浮液(浆料)在根据方法步骤d)离心之前从结晶器中部分移出,在甘油中稀释并记录晶体图像。此外,根据方法步骤d)在离心机中以每分钟1800转的速度进行30分钟来分离固体与液体。
- [0275] 图2A至2D示出了所获得的分散在甘油中的浆料的晶体图像,放大倍数为×4,并且图3A至3D示出了所获得的分散在甘油中的浆料的晶体图像,放大倍数为×10。
- [0276] 在浆料和在方法步骤d)中获得的第二结晶相中获得的晶体的长宽比为8.0(平均值)和7.8(中值)。
- [0277] 下表2显示了分离后获得的相的组成(滤饼是固态结晶相,滤液是液相)。
- [0278] 表2:富集相的分析,各自均基于总质量

	滤饼	滤液
以 g/100g 表示的水含量	16.1	25.9
以 g/100g 表示的 1,1-GPM 含量	55.2	15.3
[0279] 以 g/100g 表示的 1,6-GPS 含量	29.4	56.8
以 g/g 表示的 1,1-GPM 与 1,6-GPS 之比	1.88	0.27
以 g/100gTS 表示的 1,1-GPM 含量	65.8	20.6
以 g/100gTS 表示的 1,6-GPS 含量	35.0	76.6

[0280] 所获得的固相中的晶体特别纯净,并且在形状和尺寸上表现出高度的均匀性。结晶完成后的晶体悬浮液在晶体图像中显示没有细粒形成。在方法步骤d)中获得的第二结晶相中包含的晶体的长宽比相对较小。通过离心进行的所获得的第二结晶相的分离以令人非常满意的方式毫无问题地进行,这尤其表现在离心后结晶相中富含1,1-GPM。富含1,6-GPS的滤液,即富含1,6-GPS的第二液相,可以很好地从滤饼中排出。根据本发明,在获得的第二结晶相中发现了1,1-GPM的富集和1,6-GPS的贫化,同时类似地,在所获得的富含1,6-GPS的第二液体相中发现了1,6-GPS的富集和1,1-GPM的贫化,各自均是相比于起始组合物。

[0281] 实施例2.2(不根据本发明):

[0282] WO 1997/008958 A1公开了生产富含1,6-GPS和富含1,1-GPM的混合物的方法。该文献的实施例2公开了富含1,1-GPM和1,6-GPS的1,1-GPM/1,6-GPS混合物的制备,其中将Isomalt^R添加至5kg水(完全脱矿质)中并根据颗粒尺寸,将获得的悬浮液在35℃下搅拌1-20小时。随后,在35℃下在加热加压的吸滤器中将该悬浮液分离成液相和固相。

[0283] 实验过程:

[0284] 1. 打开恒温器以加热2升结晶器,将流动温度调节至35.3℃。通过恒温器的内部温度传感器进行温度控制;

[0285] 2. 将999.79克去离子水添加到2升结晶器中;

[0286] 3. 打开搅拌器并将速度调节至60转每分钟;

[0287] 4. 将水预热至35℃;

[0288] 5. 将999.96g异麦芽酮糖醇ST-M添加到2升结晶器中;

[0289] 6. 添加异麦芽酮糖醇后19.5小时:通过恒温器将双层夹套压力吸滤器预热至35℃;

[0290] 7. 添加异麦芽酮糖醇后20小时:从结晶器中除去获得的晶体悬浮液(浆料);

[0291] 8. 用去离子水稀释部分浆料(一比一)以制备用于分析的稀释液;

[0292] 9. 将部分浆料分散在甘油中,用于记录悬浮液中的晶体图像;

[0293] 10. 将200ml浆料转移至预热的压力吸滤器中,将晶体与母液分离。使用Porvair Sciences公司的Vyon D型的由聚乙烯制成的过滤网作为过滤器,网眼尺寸为15-25μm;

[0294] 11. 将收集的滤液用去离子水稀释(一比一)以用于分析;

[0295] 12. 从压力吸滤器中取出晶体以用于分析。

[0296] 实验结果:

[0297] 根据WO 1997/008958 A1的实施例2,不使用含有异麦芽酮糖醇的溶液,而是使用异麦芽酮糖醇在水中的悬浮液作为用于所需的富集和随后的固体富集相和液体富集相的分离的起始材料。因此,在该方法中,在35℃孵育约20小时期间内,溶液中的异麦芽酮糖醇组分没有发生结晶,而是仅发生未溶解的异麦芽酮糖醇组分从悬浮液的固相中部分溶解和溶解到液相中,以及相反。

[0298] 图4A和4B示出了所获得的分散在甘油中的浆料的图像,放大倍数为 $\times 10$,并且图4C和4D示出了所获得的分散在甘油中的浆料的图像,放大倍数为 $\times 20$ 。

[0299] 尽管选择了高分辨率放大倍数,但未观察到单晶,而是仅观察到部分溶解的片状颗粒,这是由于初始悬浮液中使用的异麦芽酮糖醇颗粒的部分非晶态坚硬结构,其代表1,1-GPM和1,6-GPS的小晶体的聚集体。这些不是源自结晶过程,而是源自干燥过程,因此不显示出传统结晶中预期的任何晶形。该比较例中实现的富集的原理是基于从含有1,1-GPM和1,6-GPS的固体中释放更可溶的1,6-GPS组分,因此不对应于根据本发明的通过结晶实现的从含有1,1-GPM和1,6-GPS的溶液中的富集。

[0300] 下表3显示了分离后所获得的相中的1,1-GPM和1,6-GPS含量。

[0301] 表3:富集相的分析(滤饼是固态结晶相,滤液是液相),各自均基于总质量

	滤饼	滤液
以 g/100g 表示的水含量	21.2	55.4
以 g/100g 表示的 1,1-GPM 含量	69.0	15.1
[0302] 以 g/100g 表示的 1,6-GPS 含量	9.6	28.0
以 g/g 表示的 1,1-GPM 与 1,6-GPS 比	7.22	0.54
以 g/100gTS 表示的 1,1-GPM 含量	87.6	33.9
以 g/100gTS 表示的 1,6-GPS 含量	12.1	62.8

[0303] 实施例2.3(不根据本发明):

[0304] EP 0859 006B2公开了生产富含1,6-GPS和1,1-GPM的混合物的方法。该文献的实施例1公开了在结晶过程中使用晶种步骤和两种不同的冷却速率来生产富含1,1-GPM和1,6-GPS的1,1-GPM/1,6-GPS混合物。

[0305] 实验过程:

[0306] 1. 打开恒温器以加热2升结晶器并将进料温度调节至85℃;

[0307] 2. 将649.91g去离子水添加到2升结晶器中;

[0308] 3. 打开搅拌器并将转速调至100转每分钟;

[0309] 4. 将水加热至85℃;

[0310] 5. 将2453.2g异麦芽酮糖醇ST-F添加到2升结晶器中;

[0311] 6. 启动冷却程序:

[0312] a. 保持85℃下2小时-通过结晶器中的外部PT100进行温度控制-搅拌器转速为100转每分钟;

[0313] b. 经2小时从85℃冷却至65℃-通过恒温器中的内部PT100进行温度控制-搅拌器

转速为60转每分钟；

[0314] c. 经23.3小时从65℃冷却至37℃-通过恒温器中的内部PT100进行温度控制-搅拌器转速为60转每分钟；

[0315] 7. 达到62℃后：通过注射器将4.95g异丙醇中的0.5g异麦芽酮糖醇ST-PF添加到溶液中；

[0316] 8. 达到37℃后：从结晶器中除去浆料；

[0317] 9. 用去离子水（一比一）制备部分浆料的稀释液以用于分析；

[0318] 10. 将一部分浆料分散在甘油中，以记录悬浮液中的晶体图像；

[0319] 11. 将604g浆料转移至离心机中，并分离晶体和母液。所使用的筛是来自Porvair Sciences的Vyon D型的由聚乙烯制成的过滤网，网眼尺寸为15-25μm。转速为1800转每分钟。离心时间为30分钟。无水封。

[0320] 12. 用去离子水（一比一）稀释收集的出口处产物以用于分析；

[0321] 13. 从离心机中取出晶体。

[0322] 离心机中的分离不能令人满意地进行。出口处产物的质量低。滤饼具有视觉上可清晰识别的高残留水分。

[0323] 图5A、5B和5C示出了分散在甘油中的浆料的晶体图像，放大倍数为x4；图5D、5E和5F示出了分散在甘油中的浆料的晶体图像，放大倍数为x10。

[0324] 浆料中晶体的长宽比为11.2（平均值）和11.1（中值）。

[0325] 下表4显示了分离后获得的相的1,1-GPM和1,6-GPS-含量。

[0326] 表4：富集相的分析（滤饼是固态结晶相，滤液是液相），各自均基于总质量

	滤饼	滤液
[0327] 以 g/100g 表示的水含量	19.0	30.2
以 g/100g 表示的 1,1-GPM 含量	42.9	11.3
以 g/100g 表示的 1,6-GPS 含量	35.6	56.0
以 g/g 表示的 1,1-GPM 与 1,6-GPS 比	1.21	0.20
[0328] 以 g/100gTS 表示的 1,1-GPM 含量	53.0	16.3
以 g/100gTS 表示的 1,6-GPS 含量	44.0	80.3

[0329] 晶体图像清楚地表明，结晶完成后，晶体悬浮液中发生了显著的细晶粒形成。晶体的长宽比较大。通过离心分离结晶相并不令人满意。离心后所得结晶相中1,1-GPM的富集量极小，并且滤饼中1,1-GPM和1,6-GPS的含量与初始溶液的组成大致对应。富含1,6-GPS的滤液从滤饼中的排出效果非常差。

[0330] 实施例2.4（不根据本发明）：

[0331] US 6,414,138 B1也公开了用于生产富含1,6-GPS和富含1,1-GPM的混合物的方法。该文献的实施例1公开了如实施例2.3中所述的富含1,1-GPM和1,6-GPS的1,1-GPM/1,6-GPS混合物的制备，不同之处在于结晶过程中使用了两种不同的冷却速率但是没有使用晶种。

[0332] 实验过程:

[0333] 1. 打开恒温器加热2升结晶器并将进料温度调节至85℃;

[0334] 2. 将627.44g去离子水添加到2升结晶器中;

[0335] 3. 打开搅拌器并将转速调节至100转每分钟;

[0336] 4. 将水加热至85℃;

[0337] 5. 将2372.5g的异麦芽酮糖醇ST-F添加到2升结晶器中;

[0338] 6. 启动冷却程序:

[0339] a. 在85℃保持2小时-通过结晶器中的外部PT100进行温度控制-搅拌器转速为100转每分钟;

[0340] b. 经2小时从85℃冷却至65℃-通过恒温器中的内部PT100控制温度-搅拌器转速为60转每分钟;

[0341] c. 经23.3小时从65℃冷却至37℃-通过恒温器中的内部PT100进行温度控制-搅拌器转速为60转每分钟;

[0342] 7. 达到37℃后:从结晶器中除去浆料;

[0343] 8. 用去离子水(一比一)制备部分浆料的稀释液以用于分析;

[0344] 9. 将一部分浆料分散在甘油中,以记录悬浮液中的晶体图像。

[0345] 图6A、6B和6C示出了分散在甘油中的浆料的晶体图像,放大倍数为x4;图6D、6E和6F示出了分散在甘油中的浆料的晶体图像,放大倍数为x10。

[0346] 浆料中晶体的长宽比为11.3(平均值)和10.5(中值)。

[0347] 这些晶体图像还清楚地表明,在结晶完成后,晶体悬浮液中发生了显著的细晶粒形成。晶体的长宽比较大,并且与实施例2.3中相当。

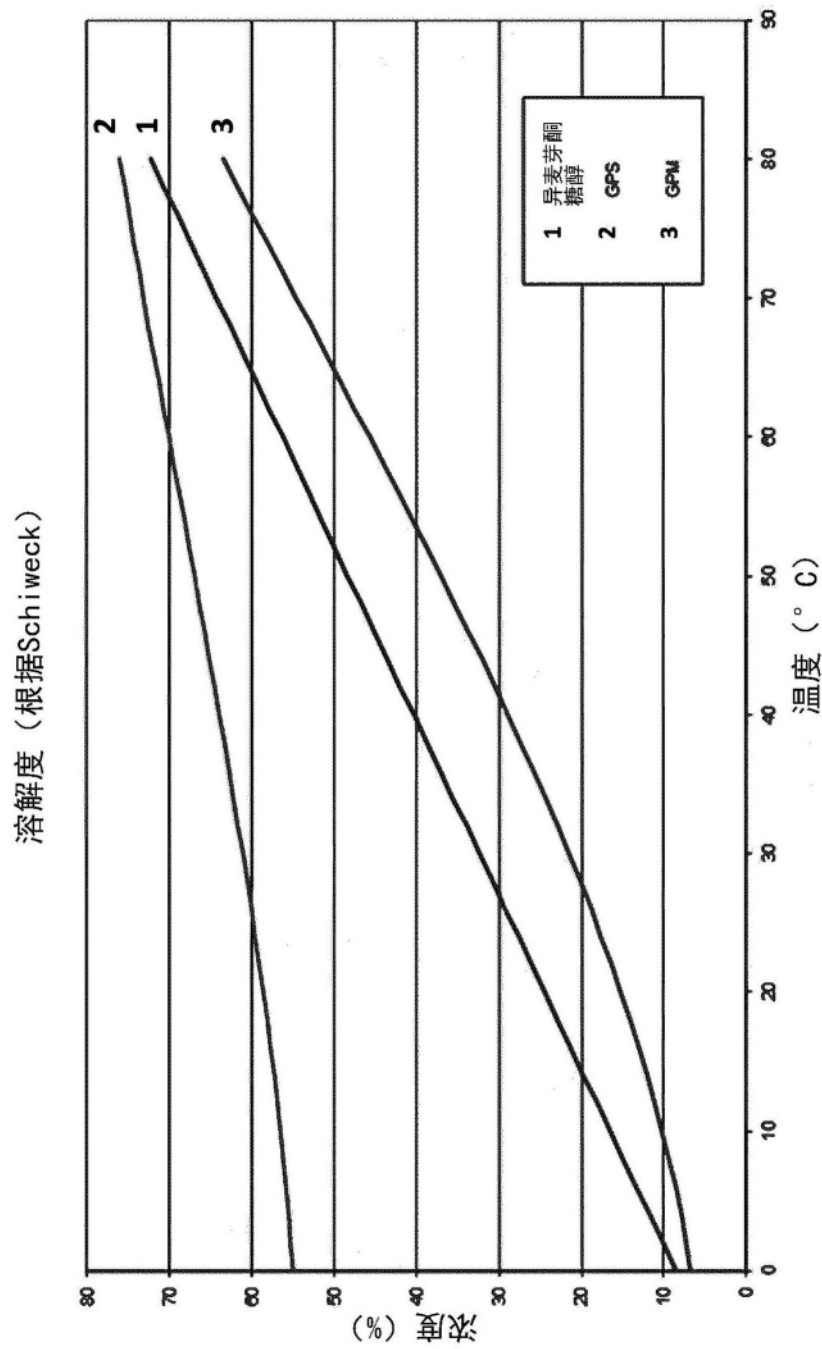


图1

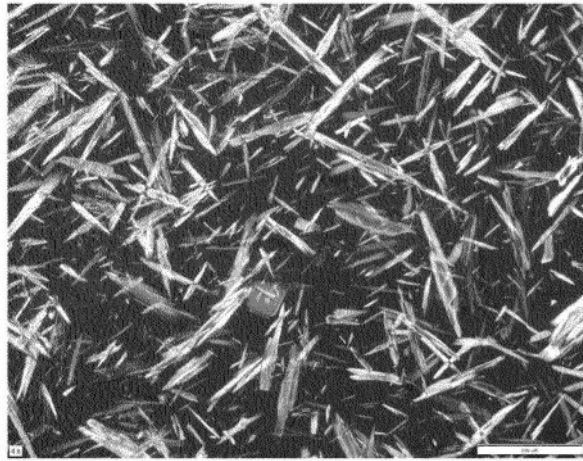


图2A

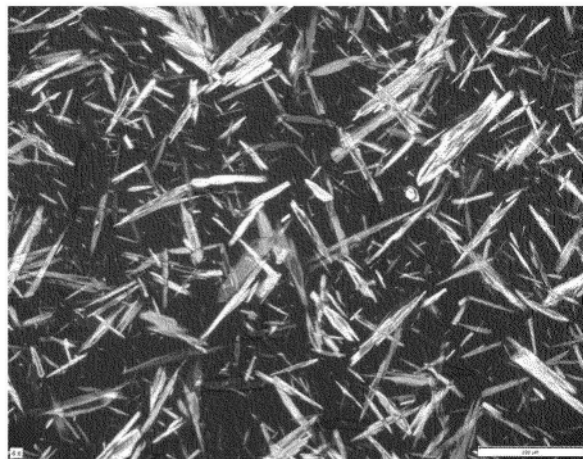


图2B

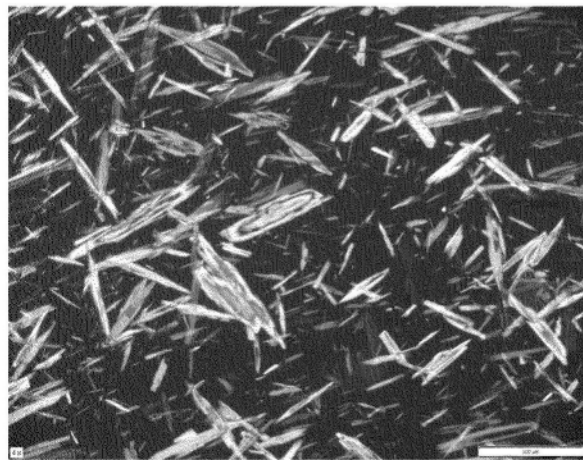


图2C

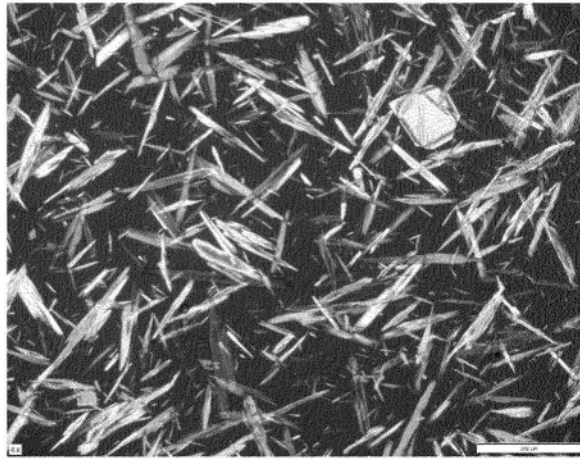


图2D

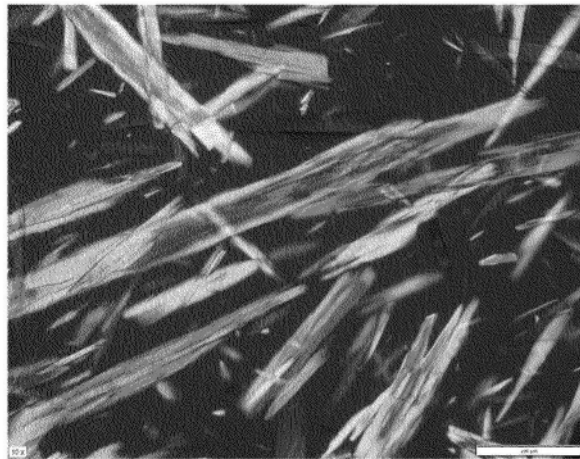


图3A

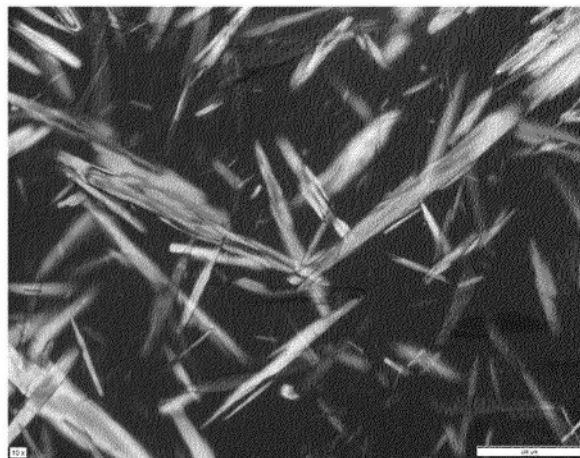


图3B

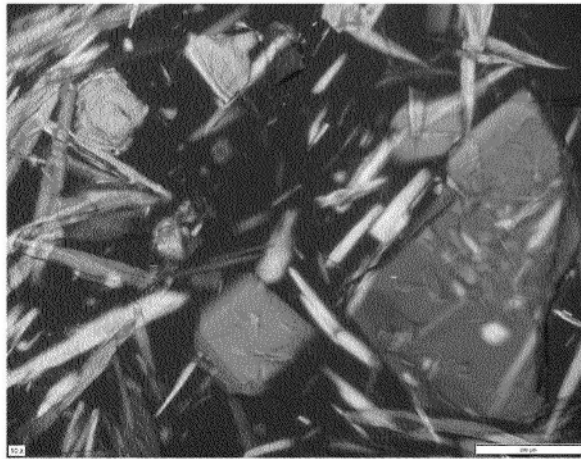


图3C

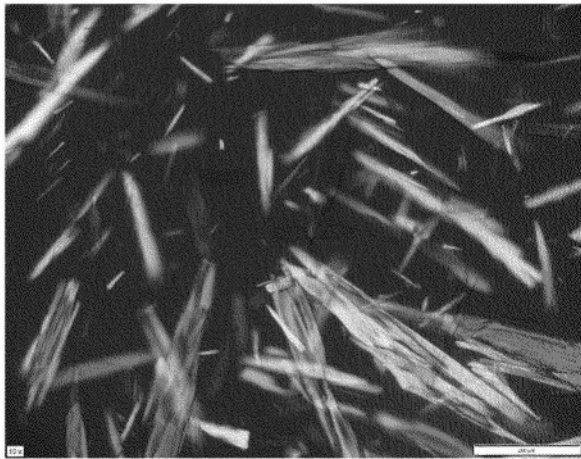


图3D

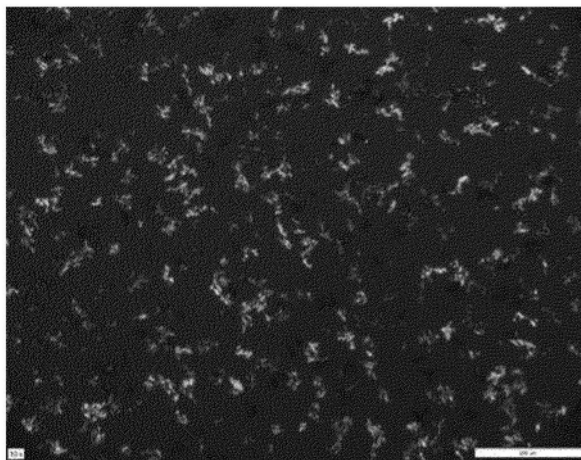


图4A

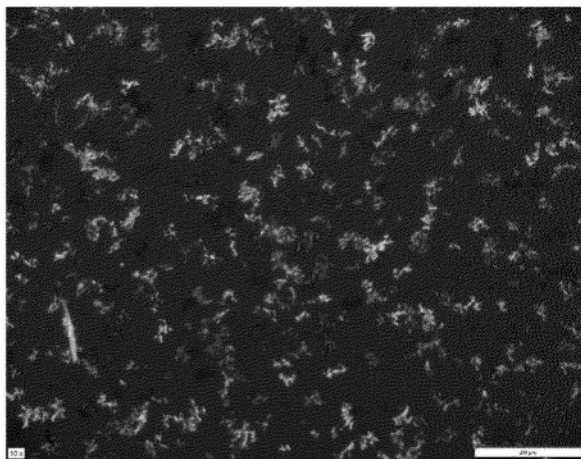


图4B

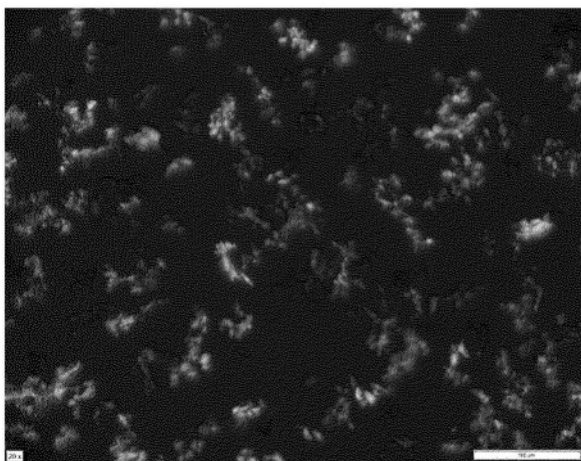


图4C

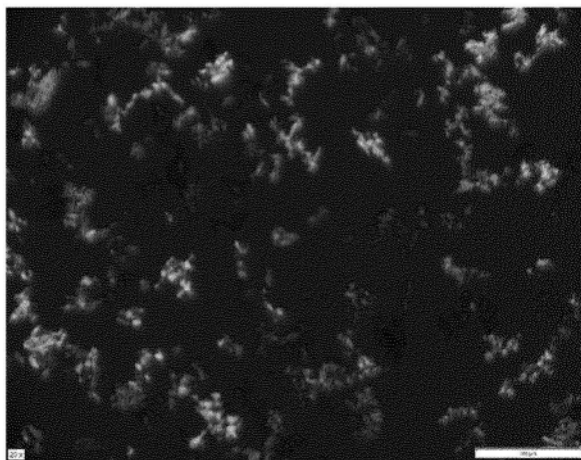


图4D

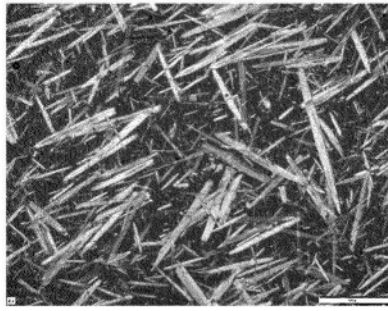


图5A

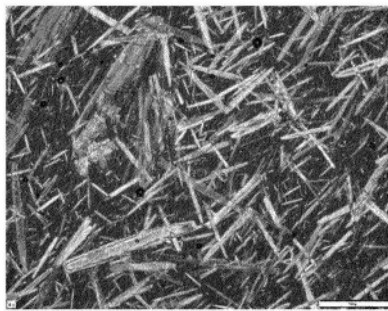


图5B

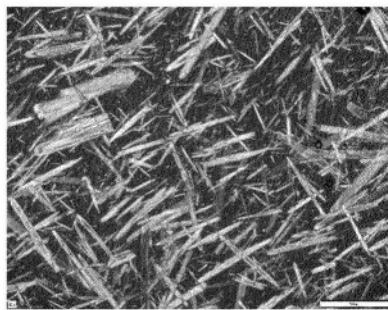


图5C

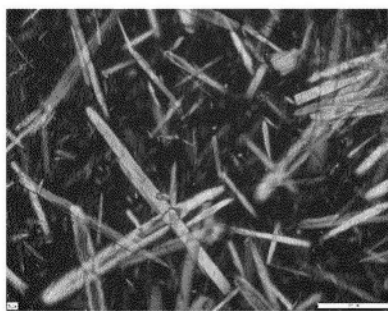


图5D

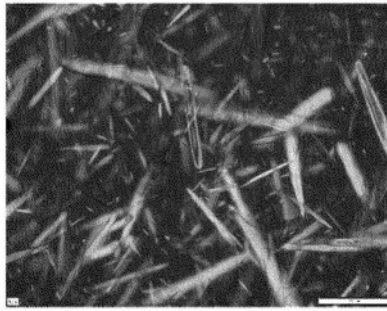


图5E

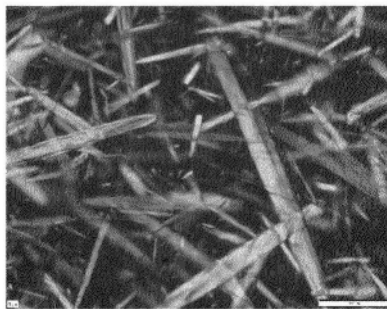


图5F

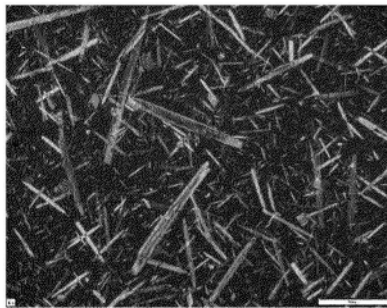


图6A

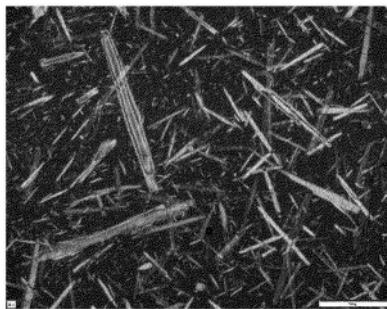


图6B

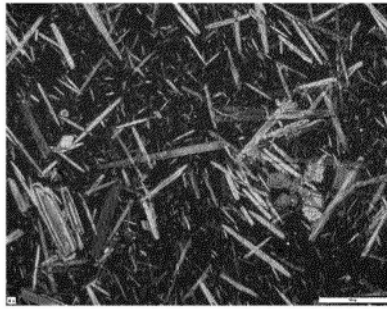


图6C

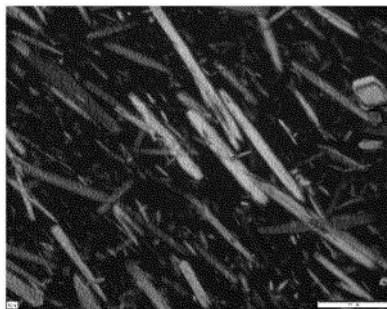


图6D

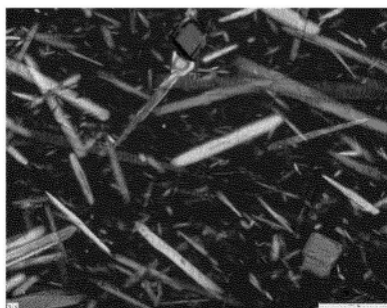


图6E



图6F