

(19)



Octrooiraad
Nederland

(11) Publikatienummer: **9201029**

(12) A TERINZAGELEGGING

(21) Aanvraagnummer: **9201029**

(51) Int.Cl.⁵:
A23L 1/227

(22) Indieningsdatum: **11.06.92**

(43) Ter inzage gelegd:
03.01.94 I.E. 94/01

(71) Aanvrager(s):
Holland Sweetener Company V.o.f. te Maastricht

(72) Uitvinder(s):
Hubertus Jozef Maria Slangen te Stein

(74) Gemachtigde:
**Drs. W.C.R. Hoogstraten c.s.
Octrooibureau DSM
Postbus 9
6160 MA Geleen**

(54) Werkwijze voor het bewerken van aspartaam

- (57) De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het bewerken van gedroogd aspartaam, met het kenmerk, dat uit aspartaam met een deeltjesgrootteverdeling waarbij meer dan 5 gew.% van het aspartaam een grootte heeft kleiner dan 20 µm en waarbij meer dan 10 gew.% van het aspartaam een grootte heeft van groter dan 400 µm, in een eerste scheidingsstap met behulp van een luchtstroom deeltjes kleiner dan 50 µm worden verwijderd, en in een tweede scheidingsstap het uit de eerste stap resulterende produkt onderworpen wordt aan een zeefstap met een zeef die fractioneert bij een waarde tussen 150–250 µm, waarna de hierbij verkregen fractie met de kleinere deeltjes wordt gewonnen als een eerste produkt en waarbij de fractie met de grotere deeltjes wordt gewonnen als tweede produkt, of desgewenst wordt onderworpen aan een verdere scheidingsstap met een zeef, die fractioneert bij een waarde tussen 400–1000 µm en waarbij de hierbij ontstane fractie met kleinere deeltjes wordt gewonnen als tweede produkt. Aspartaam met een dusdanige deeltjesgrootteverdeling dat 97% van de deeltjes groter is dan 20 µm, dat 97% van de deeltjes kleiner is dan 250 µm, blijkt uitzonderlijk goede eigenschappen te hebben wat betreft verwerkbaarheid en oplosbaarheid.

NL A 9201029

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

WERKWIJZE VOOR HET BEWERKEN VAN ASPARTAAM

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het bewerken van gedroogd aspartaam, en op aldus gewonnen aspartaam.

5 Aspartaam is een zoetstof die veel wordt toegepast in calorie-arme limonades, suikervrije kauwgom en calorie-arme zoetjes. Aspartaam wordt veelal verkocht als "poeder" met deeltjes kleiner dan 1 mm. Dit poeder heeft in de regel een brede deeltjesgrootteverdeling: er is een significante
10 fractie van de deeltjes met een grootte tussen 0 en 20 μm , 20-50 μm , enz. Dit type product blijkt (1) relatief slecht oplosbaar, (2) electrostatisch op te laden, (3) niet "free-flowing" te zijn, (4) stofproblemen te veroorzaken, (5) moeilijk te doseren en (6) slecht dispergeerbaar in water.

15 Om een deel van deze problemen te voorkomen wordt wel aspartaam verkocht met 90% van de deeltjes tussen bv. 250-750 μm . Dit aspartaam heeft echter een relatief lage oplossnelheid. Voorts heeft dit als nadeel dat een speciale bewerking achteraf, bv. een granuleringsstap vereist is, om
20 ongewenst materiaal (aspartaam met een deeltjesgrootte buiten deze range te verwerken.

De uitvinding voorziet in een werkwijze voor het bewerken van gedroogd aspartaam, waarbij zeer hoogwaardig product wordt verkregen en waarbij slechts zeer weinig mate-
25 riaal herverwerkt hoeft te worden.

De werkwijze voor het bewerken van gedroogd aspartaam wordt daardoor gekenmerkt dat uit aspartaam, met een deeltjesgrootteverdeling waarbij meer dan 5 gew.% van het aspartaam een grootte heeft kleiner dan 20 μm en waarbij
30 meer dan 10 gew.% van het aspartaam een grootte heeft van groter dan 400 μm , in een eerste scheidingsstap met behulp van een luchtstroom deeltjes kleiner dan 50 μm worden verwijderd, en in een tweede scheidingsstap het uit de eerste

stap resulterende product onderworpen wordt aan een zeefstap
5 met een zeef die fractioneert bij een waarde tussen 150-250
 μm , waarna de hierbij verkregen fractie met de kleinere
deeltjes wordt gewonnen als een eerste product en waarbij de
fractie met de grotere deeltjes wordt gewonnen als tweede
product, of desgewenst wordt onderworpen aan een verdere
10 scheidingsstap met een zeef, die fractioneert bij een waarde
tussen 400-1000 μm en waarbij de hierbij ontstane fractie
met kleinere deeltjes wordt gewonnen als tweede product.

Bij voorkeur worden in de eerste stap deeltjes
kleiner dan 40 μm , in het bijzonder kleiner dan 30 μm , meer
15 in het bijzonder deeltjes kleiner dan 20 μm , afgescheiden
(hierna te noemen: zeer fijn aspartaam) waarbij respectieve-
lijk de fracties met deeltjes groter dan 30 μm en groter dan
20 μm het uit de eerste stap resulterende product vormen.

Het zeer fijn aspartaam wordt bij voorkeur terugge-
20 voerd in het proces. Bijvoorbeeld kan dit aspartaam opgelost
worden en opnieuw gekristalliseerd. Ook, en dit heeft de
voorkeur, kan dit aspartaam gemengd worden met aspartaam-
slurrie uit een kristallisator of centrifuge, voor een gra-
nulatie- en droogstap.

25 Voor het afscheiden van dit zeer fijn aspartaam
wordt een classificator met een luchtstroom toegepast. Zeer
geschikt is bijvoorbeeld een "Sweco Turbo-Screen" (hierna
ook: TS) van de firma Sweco. Met een gewone zeef, zonder een
extra drijvende kracht van een luchtstroom, is het in prak-
30 tijk niet mogelijk een goede scheiding te bewerkstelligen.

In de regel wordt meer dan 1 kg lucht per kg aspar-
taam als luchtstroom gehandhaafd. Bij voorkeur wordt tussen
de 2 en 50 kg lucht gebruikt, in het bijzonder tussen 5 en
20 kg per kg aspartaam.

35 Tevens wordt bij voorkeur een continue reiniging
toegepast van het classificatormedium (in de regel een zeer
fijne zeef of plaat met zeer kleine gaatjes). Dit kan bij-
voorbeeld geschieden door trillen van de zeef of plaat, of
door plaatselijk lucht tegen de stroom door de zeef of plaat

te blazen.

5 Het blijkt voor de werkwijze volgens de uitvinding
van groot belang om in een eerste scheidingsstap zeer fijn
aspartaam af te scheiden. Hiermee wordt namelijk bereikt dat
de scheidingsstap, met een zeef die fractioneert bij 150-250
10 μm , zonder problemen zeer efficiënt plaatsvindt. Indien na-
melijk als eerste scheidingsstap een zeefstap bij bijvoor-
beeld 200 μm werd uitgevoerd, trad er vervuiling/verstopping
op in het zeefapparaat en bleek het aspartaam moeilijk
doseerbaar.

 Het uit de eerste scheidingsstap resulterende pro-
15 duct wordt onderworpen aan een tweede scheidingsstap met een
zeef die fractioneert bij een waarde tussen 150-250 μm . Bij
voorkeur fractioneert de zeef bij een waarde tussen 170-220
 μm , in het bijzonder bij een waarde tussen 180-205 μm .

 De uit de tweede scheidingsstap resulterende frac-
20 tie met de grotere deeltjes wordt ofwel direct gewonnen als
een tweede product, dan wel onderworpen aan een verdere
scheidingsstap om relatief grof materiaal te verwijderen.
Afhankelijk van de gewenste toepassing van het aspartaampro-
duct kan een zeef worden gebruikt die fractioneert bij een
25 waarde tussen 400 en 1000 μm . Indien slechts het grofste ma-
teriaal moet worden verwijderd is een zeef die fractioneert
bij een waarde tussen 900-1000 μm zeer geschikt. Een derge-
lijke zeefstap kan desgewenst ook vóór de tweede scheidings-
stap plaatsvinden, hoewel dat niet de voorkeur heeft omdat
30 dan al het aspartaam (behalve het zeer fijne aspartaam) aan
deze zeefstap onderworpen wordt, waardoor een relatief grote
zeef nodig is, wat economisch minder aantrekkelijk is.

 Het afgescheiden grove materiaal kan worden verma-
len en teruggevoerd naar het begin van de bewerkingssectie
35 voor het toepassen van de werkwijze volgens de uitvinding.

 Op deze wijze worden meerdere fracties aspartaam
verkregen, waarbij met name de als eerste product gewonnen
fractie zeer goede eigenschappen heeft. In het bijzonder is
de combinatie van hoge oplossnelheid, goed stromingsgedrag

9201029

("free-flowing"), goede dispergeerbaarheid, weinig stofvorming en het nauwelijks optreden van electrostatische opla-
5 ding uniek. Voorts blijkt dit aspartaam met name uitstekend geschikt voor toepassing in tabletjes, poeders en kauwgom, omdat door het ontbreken van grotere deeltjes een goede verdeling van aspartaam in product wordt verkregen.

10 Het eerste product wordt gekarakteriseerd door een smalle deeltjesgrootteverdeling waarbij 97% van de deeltjes groter is dan 20 μm , bij voorkeur groter dan 30 μm , in het bijzonder groter dan 40 μm . Daarbij is ook 97% van de deeltjes kleiner dan 250 μm , bij voorkeur 220 μm , in het bijzon-
15 der kleiner dan 205 μm . Voorts is bij voorkeur 90% van de deeltjes groter dan 30 μm , in het bijzonder groter dan 50 μm . Met % wordt hier gew.% bedoeld; de verschillende voorkeurswaarden voor de boven en ondergrenzen kunnen onderling op verschillende wijzen gecombineerd worden voor producten
20 die aan specifieke economische of technische eisen voldoen.

Het tweede product is een granulair type aspartaam dat een goede stortdichtheid heeft, en makkelijk verwerkbaar is.

Als uitgangsmateriaal voor de werkwijze volgens de
25 uitvinding wordt bij voorkeur droog aspartaam toegepast met een vochtgehalte kleiner dan 6 gew.%, in het bijzonder met een vochtgehalte van 1-4 gew.%. Het aspartaam is in de regel gewonnen door een kristallisatie uit waterige oplossing. De uiteindelijk resulterende slurrie wordt afgefiltreerd met
30 behulp van bijvoorbeeld een centrifuge en de natte koek (met zo'n 25-60% water) wordt gedroogd en desgewenst gegraneleerd. Door de granulatiestap of -stappen kan reeds aspartaam ontstaan met een deeltjesgrootteverdeling die toepassing in de werkwijze volgens de uitvinding mogelijk maakt.
35 Indien er echter relatief veel grof materiaal aanwezig is, bv. als meer dan 20 gew.% een grootte heeft van meer dan 1 mm, dan heeft het de voorkeur het materiaal eerst te malen.

Het uitgangsmateriaal heeft in de regel een brede deeltjesgrootteverdeling, wat wordt veroorzaakt door de

mechanische krachten uitgeoefend tijdens de granulatie-,
5 verkleinings- en drogingsstappen. In de regel heeft het aspartaam een dusdanige verdeling dat meer dan 5 gew.% van het aspartaam een grootte heeft kleiner dan 20μ en dat meer dan 10 gew.% een grootte heeft van meer dan 400μ .

Hoewel het gebruikelijk is om bij bijvoorbeeld ze-
10 ven te spreken van fractioneren bij een bepaalde waarde, is het vanzelfsprekend zo dat rond die waarde - afhankelijk van de efficiëntie van de zeef - een gedeelte van het materiaal met een kleinere grootte toch niet door de zeef gaat, en een gedeelte van het grotere toch wel. Dit wordt veroorzaakt
15 doordat in een zeef niet alle gaatjes even groot zijn en de deeltjes niet ideaal-rond zijn.

De uitvinding zal worden toegelicht aan de hand van de volgende niet beperkende voorbeelden.

20 Voorbeeld I

Aspartaam, verkregen door centrifugeren, granuleren, drogen en malen had de volgende kenmerken:

d_{10} : 40μ
 d_{50} : 180μ
25 d_{90} : 820μ
vocht : 2,8 %

Dit aspartaam werd onderworpen aan de volgende stappen:

- 1) Behandeling in een Sweco TS 18, met een plaat die frac-
30 tioneert bij 50μ en met een luchtstroom van 10 kg lucht per kg aspartaam. Het fijne materiaal werd teruggevoerd naar de granulatiesectie en daar gedispergeerd in de gecentrifugeerde aspartaamslurrie;
- 2) Het resulterende product werd gezeefd over een zeef van
35 200μ . De fractie met de kleinere deeltjes werd gewonnen als product 1;
- 3) Het materiaal met de grotere deeltjes werd gezeefd over een zeef van 900μ . Het grove materiaal werd teruggevoerd naar de maalstap: De gewenste fractie werd gewon-

9201029

nen als product 2.

5 Er werd 14% zeer fijn en 5% grof aspartaam afgescheiden. Er werd 40% product 1 gewonnen, en 40% product 2, er was 1% verlies.

De eigenschappen van de producten staan gegeven in Tabel 1.

10

TABEL 1

	product 1	product 2
15 d_3	32 μm	180 μm
d_{10}	55 μm	230 μm
d_{50}	95 μm	400 μm
d_{90}	180 μm	700 μm
20 d_{97}	200 μm	900 μm

Verdere eigenschappen van product 1 waren:

storthoek : 24°
 stortgewicht : 410 kg/m³
 25 uitstroomtijd* : 9 sec
 oplossnelheid** : 4 min

* Van 20 cm³ product in een trechter met een uitstroomopening van 9 mm Ø werd de tijd gemeten die nodig was om de
 30 trechter volledig leeg te laten stromen.

** 0,4 g aspartaam in 1 liter water bij 20°C; magneetroerder met vlo van ½ diameter van vat; 200 rpm in 2 liter beerglas

35 Vergelijkend Experiment 1

Uitgaande van aspartaam zoals beschreven in voorbeeld 1 werd gezeefd over een 200 μm zeef. De zeef raakte verscheidene malen verstopt. Door het schoonmaken van de zeef was er een productverlies van 5%. Het gezeefde product

9201029

vertoonde de volgende eigenschappen:

5

vergelijkend
product

10 d_{10} 20
 d_{50} 70
 d_{90} 160
 d_{99} 200

15

storthoek : 34°
stortgewicht : 385 kg/m^3
uitstroomtijd : ∞
oplossnelheid : 8 min

20

9201029

CONCLUSIE

- 5 1. Werkwijze voor het bewerken van gedroogd aspartaam met
het kenmerk, dat uit aspartaam met een deeltjesgrootte-
verdeling waarbij meer dan 5 gew.% van het aspartaam een
grootte heeft kleiner dan 20 μm en waarbij meer dan 10
10 400 μm , in een eerste scheidingsstap met behulp van een
luchtstroom deeltjes kleiner dan 50 μm worden verwij-
derd, en in een tweede scheidingsstap het uit de eerste
stap resulterende product onderworpen wordt aan een
zeefstap met een zeef die fractioneert bij een waarde
15 tussen 150-250 μm , waarna de hierbij verkregen fractie
met de kleinere deeltjes wordt gewonnen als een eerste
product en waarbij de fractie met de grotere deeltjes
wordt gewonnen als tweede product, of desgewenst wordt
onderworpen aan een verdere scheidingsstap met een zeef,
20 die fractioneert bij een waarde tussen 400-1000 μm en
waarbij de hierbij ontstane fractie met kleinere deel-
tjes wordt gewonnen als tweede product.
2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk dat in de
eerste stap deeltjes kleiner dan 30 μm worden verwij-
25 derd.
3. Werkwijze volgens een der conclusies 1-2, met het ken-
merk dat in de tweede stap een zeef wordt toegepast die
fractioneert bij een waarde tussen 180-205 μm .
4. Werkwijze volgens een der conclusies 1-3, met het ken-
30 merk dat een tweede zeefstap wordt toegepast met een
zeef die fractioneert bij een waarde tussen 900-1000 μm .
5. Aspartaam met een dusdanige deeltjesgrootteverdeling dat
97% van de deeltjes groter is dan 20 μm , dat 97% van de
deeltjes kleiner is dan 250 μm .
- 35 6. Aspartaam volgens conclusie 5, met het kenmerk dat 97%
van de deeltjes groter is dan 30 μm .
7. Aspartaam volgens conclusie 6, met het kenmerk dat 97%
van de deeltjes groter is dan 40 μm .
8. Aspartaam volgens een der conclusies 5-7, met het ken-
40 merk dat 97% van de deeltjes kleiner is dan 220 μm .

- 5 9. Aspartaam volgens conclusie 8, met het kenmerk dat 97% van de deeltjes kleiner is dan 205 μm .
10. Aspartaam volgens een der conclusies 5-9, met het kenmerk dat 90% van de deeltjes groter is dan 30 μm .
11. Aspartaam volgens conclusie 10, met het kenmerk dat 90% van de deeltjes groter is dan 50 μm .
- 10 12. Werkwijze en aspartaam zoals in hoofdzaak is beschreven in de beschrijving en de voorbeelden.

9201029