(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
20. Oktober 2022 (20.10.2022)

WIPO | PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2022/219094 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:
A23L 27/30 (2016.01) *C07H 15/04* (2006.01)
C07H 1/06 (2006.01) *A23L 29/30* (2016.01)
C07H 3/04 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2022/059965

(22) Internationales Anmeldedatum:
13. April 2022 (13.04.2022)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
21168625.8 15. April 2021 (15.04.2021) EP

(71) Anmelder: **SÜDZUCKER AG** [DE/DE]; Maximilianstr. 10, 68165 Mannheim (DE).

(72) Erfinder: **BOETTGER, Christoph**; Panoramastr. 17, 67271 Battenberg (DE). **CARTARIUS, Ralph**; Heilbronner Str. 20, 74254 Offenau (DE). **DEGELMANN, Hanspeter**; Artur-Landgraf-Str. 46, 96049 Bamberg (DE). **JANSSEN, Holger**; Anna-Seghers-Ring 8, 67592 Nieder-Flösheim (DE). **KUNZ, Markwart**; Haeckelstr. 11, 38114 Braunschweig (DE). **SÜNNER, Julia**; Fürstenweg 49, 67435 Neustadt (DE). **WALLOT, Rolf**; Asselheimer Weg 6, 67280 Quirnheim (DE).

(74) Anwalt: **SCHRELL, Andreas** et al.; Gleiss Große Schrell und Partner mbB, Leitzstr. 45, 70469 Stuttgart (DE).

(81) Bestimmungsstaaten *(soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart)*: AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten *(soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart)*: ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Erklärungen gemäß Regel 4.17:
— *hinsichtlich der Berechtigung des Anmelders, ein Patent zu beantragen und zu erhalten (Regel 4.17 Ziffer ii)*
— *Erfindererklärung (Regel 4.17 Ziffer iv)*

Veröffentlicht:
— *mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz 3)*

(54) **Title:** PROCESS FOR PRODUCING 1,1-GPM- AND/OR 1,6-GPS-ENRICHED ISOMALT COMPOSITIONS

(54) **Bezeichnung:** VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON 1,1-GPM- UND/ODER VON 1,6-GPS-ANGEREICHERTEN ISOMALT-ZUSAMMENSETZUNGEN

(57) **Abstract:** The present invention relates to a process for producing isomalt compositions enriched in 1-O-α-D-glucopyranosyl-D-mannitol (hereinafter 1,1-GPM) and/or in 6-O-α-D-glucopyranosyl-D-sorbitol (hereinafter 1,6-GPS) from isomalt-containing solutions, these being solutions containing hydrogenated isomaltulose, to 1,1-GPM- and/or 1,6-GPS-enriched isomalt compositions produced by the process of the invention, and to the use of these 1,1-GPM- and/or 1,6-GPS-enriched isomalt compositions.

(57) **Zusammenfassung:** Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 1-O-α-D-Glucopyranosyl-D-mannit- (im Folgenden 1,1-GPM genannt) und/oder von 6-O-α-D-Glucopyranosyl-D-sorbit- (im Folgenden 1,6-GPS genannt) angereicherten Isomalt-Zusammensetzungen aus Isomalt-haltigen Lösungen, also Lösungen, die hydrierte Isomaltulose enthalten, durch das erfindungsgemäße Verfahren hergestellte 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzungen aus Isomalt-haltigen Lösungen, sowie die Verwendung dieser 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzungen.

WO 2022/219094 A1

BESCHREIBUNG

Verfahren zur Herstellung von 1,1-GPM- und/oder von 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzungen

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 1-O-α-D-Glucopyranosyl-D-mannit- (im Folgenden 1,1-GPM genannt) und/oder von 6-O-α-D-Glucopyranosyl-D-sorbit- (im Folgenden 1,6-GPS genannt) angereicherten Isomalt-Zusammensetzungen aus Isomalt-haltigen Lösungen, also Lösungen, die hydrierte Isomaltulose enthalten, durch das erfindungsgemäße Verfahren hergestellte 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzungen aus Isomalt-haltigen Lösungen, sowie die Verwendung dieser 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzungen.

Isomalt (hydrierte Isomaltulose oder hydrierte Palatinose) ist ein Zuckeraustauschstoff, der als Hauptbestandteile 1,1-GPM und 1,6-GPS aufweist, und der aufgrund seiner Akariogenität, seines geringen Brennwerts und seiner Diabetikereignung vorteilhaft ist. 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzungen aus einer Isomalt-haltigen Lösung sind für eine Vielzahl von Anwendungen besser geeignet als Produkte, die ein nahezu äquimolares Verhältnis von 1,1-GPM zu 1,6-GPS aufweisen.

DE 25 20 173 A1 betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 1,6-GPS und 1,1-GPM aus Isomaltulose und dessen Verwendung als Zuckeraustauschstoff.

EP 0 625 578 A1 offenbart die Herstellung von Isomalt und dessen Verwendung als Süßungsmittel in Genuss- und Lebensmittelprodukten.

EP 0 859 006 B2 und WO 1997/008958 A1 betreffen Verfahren zur Herstellung von 1,6-GPS-angereicherten und 1,1-GPM-angereicherten Gemischen, 1,6-GPS und 1,1-GPM in reiner Form und die Verwendung davon.

Derartige Isomalt-Zusammensetzungen werden in vielen Produkten, beispielsweise im Genuss- und Lebensmittelbereich eingesetzt. Das potentiell sehr breite Anwendungsspektrum derartiger Zusammensetzungen erfordert je nach Endprodukt Zusammensetzungen, die unterschiedliche

Anteile an 1,1-GPM und 1,6-GPS aufweisen, insbesondere auch solche, die 1,1-GPM- oder 1,6-GPS-angereichert sind.

Ein Kristallisationsverfahren zur Herstellung von derartigen 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzungen aus einer Isomalt-haltigen Lösung, sowie von 1,6-GPS und 1,1-GPM in reiner Form, das eine einfache, sichere und effiziente, insbesondere kosten- und/oder energieeffiziente, Herstellung gestattet, ist derzeit allerdings nicht bekannt. Es besteht dementsprechend ein Bedarf an Verfahren, die es ermöglichen, aus einer Isomalt-haltigen Lösung Isomalt-Zusammensetzungen zu gewinnen, die gegenüber den Gehalten an 1,1-GPM und/oder 1,6-GPS in der als Ausgangslösung vorliegenden Isomalt-haltigen Lösungen angereichert sind.

Der Erfindung liegt daher das technische Problem zugrunde, ein Kristallisationsverfahren zur Herstellung von 1,1-GPM- und/oder von 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzungen aus einer Isomalt-haltigen Lösung bereitzustellen, das einfach und sicher durchzuführen ist und in hoher Ausbeute und reproduzierbar zu 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzungen aus einer Isomalt-haltigen Lösung führt.

Die vorliegende Erfindung löst das technische Problem durch die Bereitstellung eines Verfahrens zur Herstellung von 1,1-GPM- und/oder von 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzungen aus einer Isomalt-haltigen Lösung, dadurch gekennzeichnet, dass

a) eine Isomalt-haltige Lösung bereitgestellt wird, wobei die Isomalt-haltige Lösung 65 bis 90 Gew.-%, insbesondere 70 bis 85 Gew.-%, Isomalt aufweist (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Isomalt-haltigen Lösung);

b) die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung in einem Reaktor einer Flash-Verdampfung zur Kristallkeimbildung unter Erhalt einer eine erste kristalline Phase und eine erste flüssige Phase umfassenden ersten Isomalt-haltigen Suspension unterzogen wird;

c) die in Verfahrensschritt b) erhaltene erste Isomalt-haltige Suspension einem Kristallisationsprozess unterzogen wird, wodurch eine eine zweite kristalline Phase und eine zweite flüssige Phase umfassende zweite Isomalt-haltige Suspension erhalten wird, wobei die zweite kristalline Phase mit 1,1-GPM angereichert ist und die zweite flüssige Phase mit 1,6-GPS angereichert ist;

d) die mit 1,1-GPM-angereicherte zweite kristalline Phase der zweiten Isomalt-haltigen Suspension aus Verfahrensschritt c) von der mit 1,6-GPS-angereicherten zweiten flüssigen Phase abgetrennt wird; und

e) 1,1-GPM-und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzungen erhalten werden.

Die Erfindung geht daher von einer Isomalt-haltigen Lösung als Ausgangslösung aus, die in Verfahrensschritt a) bereitgestellt wird und einem Verfahren unterzogen wird, das insbesondere unter Einsatz der Verfahrensschritte b), c), d) und e), zur Bereitstellung von zwei unterschiedlichen Phasen, nämlich einer zweiten kristallinen und einer zweiten flüssigen Phase führt, wobei die zweite kristalline Phase einen höheren 1,1-GPM-Gehalt als die in Verfahrensschritt a) eingesetzte Isomalt-haltige Lösung und die zweite flüssige Phase einen höheren 1,6-GPS-Gehalt als die in Verfahrensschritt a) eingesetzte Isomalt-haltige Lösung aufweist. Die vorliegende Erfindung ermöglicht daher eine Trennung der Isomalt-haltigen Lösung in zwei Phasen unter phasenspezifischer Anreicherung der in der als Ausgangslösung verwendeten Isomalt-haltigen Lösung vorhandenen Komponenten 1,1-GPM in der zweiten kristallinen Phase und 1,6-GPS in der zweiten flüssigen Phase und stellt erfindungsgemäß 1,1-GPM- und 1,6-GPS-angereicherte Phasen und Zusammensetzungen bereit, die hinsichtlich des 1,1-GPM- und 1,6-GPS-Gehalts gegenüber dem jeweiligen 1,1-GPM- und 1,6-GPS-Gehalt in der Ausgangslösung spezifisch angereichert sind und sich für bestimmte Anwendungen besonders eignen.

Es kommt also erfindungsgemäß durch Durchlaufen der Verfahrensschritte b) und c) zum Erhalt zweier Phasen, nämlich einer zweiten kristallinen Phase und einer zweiten flüssigen Phase, wobei in der zweiten kristallinen, mit 1,1-GPM angereicherten Phase der 1,1-GPM-Gehalt gegenüber dem 1,1-GPM-Gehalt in der in Verfahrensschritt a) eingesetzten Isomalt-haltigen Lösung erhöht und der 1,6-GPS-Gehalt erniedrigt ist und in der zweiten flüssigen, mit 1,6-GPS angereicherten Phase der 1,1-GPM-Gehalt gegenüber dem 1,1-GPM-Gehalt der in Verfahrensschritt a) eingesetzten Isomalt-haltigen Lösung erniedrigt und der 1,6-GPS-Gehalt erhöht ist. Durch Durchführen der Verfahrensschritte d) und e) werden 1,1-GPM- und 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-haltige Zusammensetzungen erhalten, also eine Zusammensetzung, die sich gegenüber der in Verfahrensschritt a) bereitgestellten Isomalt-haltigen Lösung durch einen höheren Gehalt an 1,1-GPM charakterisiert und auch eine weitere Zusammensetzung, die sich gegenüber der in Verfahrensschritt a) bereitgestellten Isomalt-haltigen Lösung durch einen höheren Gehalt an 1,6-GPS charakterisiert.

Die Erfindung sieht demgemäß ein Verfahren zur Herstellung von 1,1-GPM- und/oder von 1,6-GPS-angereichten Isomalt-Zusammensetzungen aus einer Isomalt-haltigen Lösung vor, wobei eine Isomalt-haltige Lösung, also eine Lösung enthaltend ein Isomalt-haltiges Gemisch, in einem Verfahrensschritt a) bereitgestellt wird und in einem Verfahrensschritt b) durch Flash-Verdampfung in einem Reaktor, insbesondere Nukleator, eine induzierte Kristallkeimbildung bewirkt wird, im Rahmen derer eine Kristallkeimbildung und an diesen Kristallkeimen beginnende Kristallisation unter Erhalt einer ersten Isomalt-haltigen Suspension stattfindet und in einem Verfahrensschritt c) durch anschließende Kristallisation in einem Reaktor, insbesondere dem gleichen oder einem anderen Reaktor, insbesondere Kristallisator, eine eine zweite kristalline Phase und eine zweite flüssige Phase umfassende zweite Isomalt-haltige Suspension erhalten wird, wobei die zweite kristalline Phase mit 1,1-GPM angereichert ist und die zweite flüssige Phase mit 1,6-GPS angereichert ist, und in einem Verfahrensschritt d) anschließend die 1,1-GPM-angereicherte Phase von der 1,6-GPS-angereicherten Phase abgetrennt wird, um in einem Verfahrensschritt e) anschließend eine 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzungen zu erhalten.

In vorteilhafter und besonders bevorzugter Weise resultiert das erfindungsgemäße Verfahren in einer einfachen und effizienten, insbesondere kosteneffizienten, Prozessführung. Insbesondere kann durch die bevorzugt vorgesehene kontinuierliche Verfahrensweise im Vergleich zu gängigen Kristallkeimungsreaktoren, insbesondere Slurry-Reaktoren, auf die intervallbasierte, fortlaufende Zugabe von hochreinen, in der Herstellung zeit- und kostenintensiven Kristallkeimen verzichtet werden.

In vorteilhafter und besonders bevorzugter Weise resultiert das erfindungsgemäße Verfahren in einer besonders homogenen Kristallkeimbildung, da auf lokale, die Kristallisation initiierende Schritte, insbesondere Animpfungen, verzichtet wird, da in-operando, das heißt während des erfindungsgemäßen Verfahrens, also im laufenden Betrieb des Reaktors, Kristallkeime fortlaufend selbstständig entstehen. In vorteilhafter Weise resultiert das erfindungsgemäße Verfahren so in der Vermeidung gängiger technischer Problemstellungen, da die selbstständige Kristallkeimbildung in der gesamten eingesetzten Isomalt-haltigen Lösung erfolgt, wohingegen in gängigen Kristallkeimungsreaktoren, insbesondere Slurry-Reaktoren, die Homogenisierung der eingesetzten Suspension umfassend Impfkristalle, auskristallisierte Feststoffe und Lösungsmittel oftmals problematisch ist, da die Zugabe von Kristallkeimen eine schnelle Durchmischung erfordert, um lokale Konzentrationsgradienten zu vermeiden und so homogenes Kristallwachstum

zu garantieren, wobei es oftmals zur Zerstörung bereits gebildeter Kristalle kommt. Die Erfindung geht davon aus, dass sich die Löslichkeit von 1,1-GPM und 1,6-GPS in einer Lösung, insbesondere in einer wässrigen Lösung, unterscheidet, beide Komponenten also unterschiedliche Löslichkeitsgleichgewichte aufweisen, und sich demzufolge die beiden Komponenten während der Flash-Verdampfung und anschließender Kristallisation in unterschiedlichem Maß in den kristallinen und flüssigen Phasen entsprechend an- bzw. abreichern. Die Löslichkeitsgleichgewichte sind temperaturabhängig, wobei bevorzugt durch Steuerung der Scherung und/oder der Prozessparameter, insbesondere Druck und/oder Temperatur und/oder der Konzentration der Komponenten 1,1-GPM und/oder 1,1-GPS in flüssiger Phase, der Anreicherungsgrad der beiden Komponenten gezielt eingestellt werden kann.

Die Flash-Verdampfung wird bevorzugt bei gegenüber Atmosphärendruck reduziertem Druck durchgeführt, wobei die Absenkung des absoluten Drucks zu Überhitzung der Flüssigkeit führt. Ohne an die Theorie gebunden zu sein, verbreitet sich bei Einstellen des reduzierten absoluten Drucks der Druckabfall mit einer definierten Wellenausbreitung im zur Kristallkeimbildung verwendeten Reaktor, insbesondere Nukleator, wobei diese Wellenausbreitung schneller erfolgt als die durch Wärme- und Stoffübergänge an den Phasengrenzen verlangsamte Temperaturanpassung des flüssigen Mediums. So kommt es zu einem thermodynamischen Ungleichgewicht und die durch Druckabsenkung induzierte Überhitzung wird durch Energieübertrag, insbesondere an Siedekeime und/oder an vorhandene Dampfblasen, abgebaut.

Die Reduktion des absoluten Drucks führt also zur Verdampfung eines definierten Teils des verwendeten Lösungsmittels, insbesondere Wasser, wodurch der eingesetzten Isomalt-haltigen Lösung Energie entzogen wird, das heißt, sich das System definiert abkühlt. Die Temperaturabhängigkeit der Löslichkeitsgleichgewichte von 1,1-GPM und 1,6-GPS ermöglicht unter den gegebenen Prozessparametern und -bedingungen eine definierte Kristallkeimbildung und eine an den gebildeten Kristallkeimen definiert ansetzende Kristallisation, wobei die resultierenden Kristallkeime und Kristalle mit 1,1-GPM angereichert sind und 1,6-GPS in der verbleibenden Flüssigkeit angereichert ist. Es werden sich also durch gezielte Druckreduktion und Temperatursteuerung die unterschiedlichen Löslichkeitsprodukte von 1,1-GPM und/oder 1,6-GPS zu Nutze gemacht, um eine Anreicherung der entsprechenden Stoffe in kristalliner und in flüssiger Form zu erreichen. Die in Verfahrensschritt b) durchgeführte Flash-Verdampfung führt demgemäß zur Ausbildung einer ersten Isomalt-haltigen Suspension, umfassend eine erste kristalline und eine

erste flüssige Phase, wobei in der ersten kristallinen Phase 1,1-GPM und in der ersten flüssigen Phase 1,6-GPS angereichert ist.

Die Flash-Verdampfung wird bevorzugt solange durchgeführt, bis eine ausreichende Anreicherung von 1,1-GPM und/oder 1,6-GPS in der erhaltenen ersten kristallinen und ersten flüssigen Phase vorliegt, insbesondere in der ersten kristallinen Phase Kristallkeime und daran aufgewachsene und aus diesen gebildete Kristalle, umfassend, insbesondere bestehend aus, 1,1-GPM vorliegen, um einen effizienten Kristallisationsprozess sowie homogenes Kristallwachstum zu ermöglichen.

Die vorliegende Erfindung löst das ihr zugrundeliegende technische Probleme auch durch die Bereitstellung von im Rahmen der Verfahrensdurchführung erhaltenen Zwischenprodukten sowie der erhaltenen 1,1-GPM- und 1,6-GPS-angereicherten Zusammensetzungen. Die vorliegende Erfindung stellt daher auch erste und zweite kristalline und flüssige Phasen sowie 1,1-GPM- und 1,6-GPS angereicherte Zusammensetzungen bereit.

Die erfindungsgemäß in der zweiten kristallinen Phase und der 1,1-GPM-angereicherten Isomalt-Zusammensetzung enthaltenden Kristalle zeichnen sich durch eine vorteilhafte Morphologie aus, insbesondere ein vorteilhaftes Längen-zu-Breiten-Verhältnis der Kristalle aus, insbesondere im Vergleich zu herkömmlich kristallisierten Produkten ein kleines Längen-zu-Breiten-Verhältnis.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die erfindungsgemäße 1,1-GPM-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung ebenso wie die in Verfahrensschritt c) erhaltene zweite kristalline Phase ein Längen-zu-Breiten-Verhältnis der jeweils in ihnen enthaltenen Kristalle von 7,0 bis 10,5, insbesondere von 7,5 bis 10,0, insbesondere von 7,5 bis 9,0, insbesondere von 7,5 bis 8,5, insbesondere von 8,0 (jeweils Mittelwert) auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die erfindungsgemäße 1,1-GPM-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung ebenso wie die in Verfahrensschritt c) erhaltene zweite kristalline Phase ein Längen-zu-Breiten-Verhältnis der jeweils in ihnen enthaltenen Kristalle von 6,5 bis 10,0, insbesondere von 7,0 bis 9,5, insbesondere von 7,5 bis 9,0, insbesondere von 7,5 bis 8,5, insbesondere von 7,8 (jeweils Median) auf.

Die erfindungsgemäß erhaltenen 1,1-GPM-angereicherten Isomalt-Zusammensetzungen sind aufgrund des speziellen Längen-zu-Breiten-Verhältnis der in ihnen enthaltenen Kristalle

vorteilhafterweise gut abtrennbar von flüssigen Bestandteilen. Das erfindungsgemäße Längen-zu-Breiten-Verhältnis reduziert die Kristallbruchbildung und führt zu einer homogeneren Partikelgrößenverteilung. Dies ist vorteilhaft, da es bekannt ist, daß Kristallbruch zu breiteren inhomogenen Partikelgrößenverteilungen mit gegebenenfalls sogar bimodaler Partikelgrößenverteilung sowie zum Verstopfen des Lückenvolumens im Kristallkuchen führen kann, was die Abtrennbarkeit der Kristalle einschließlich der Drainage des Kristallkuchens verschlechtert und so die Produktausbeute reduziert. Das erfindungsgemäß ermöglichte Reduzieren von Kristallbruch hat auch den Vorteil, daß die erhaltenen Produkte nach Trocknen keine oder nur reduzierte Staubbildung aufzeigen. Das erfindungsgemäße vergleichsweise kleine und damit kugeligere Längen-zu-Breiten-Verhältnis bewirkt darüber hinaus ein verbessertes, insbesondere schnelleres, Sedimentationsverhalten in für die Abtrennung der Kristalle vorgesehenen Zentrifugen sowie eine bessere Absiebung mit verbesserter Trennschärfe für die bevorzugt erhaltenen getrockneten Produkte. Das erfindungsgemäße Längen-zu-Breiten-Verhältnis reduziert auch die Steckkornbildung, also die Ausbildung von durch ein großes Längen-zu-Breiten-Verhältnis ausgezeichneten Kristallkörpern, welche aufgrund ihrer schlanken Struktur Abtrennsiebe verstopfen und damit ebenfalls die Produktionseffizienz herabsetzen.

In vorteilhafter Weise resultiert das erfindungsgemäße Verfahren, insbesondere Verfahrensschritt b), in einer besonders einfachen und effektiven Kristallkeimbildung und/oder Anreicherung von 1,1-GPM in einer ersten kristallinen Phase und von 1,6-GPS in einer ersten flüssigen Phase.

Die vorliegende Erfindung sieht vor, dass die Flash-Verdampfung in Verfahrensschritt b) in einem Reaktor, insbesondere Nukleator, stattfindet. Die vorliegende Erfindung sieht vor, dass der Kristallisationsprozess in Verfahrensschritt c) in einem Reaktor, insbesondere Kristallisator, stattfindet.

In besonders bevorzugter Ausführungsform sieht die vorliegende Erfindung vor, dass die Flash-Verdampfung in Verfahrensschritt b) in einem Reaktor, insbesondere Nukleator, stattfindet und der Kristallisationsprozess in Verfahrensschritt c) in einem Reaktor stattfindet, insbesondere dass der Kristallisationsprozess in Verfahrensschritt c) im gleichen Reaktor wie die Flash-Verdampfung in Verfahrensschritt b) stattfindet, insbesondere im gleichen Nukleator.

In besonders bevorzugter Ausführungsform sieht die vorliegende Erfindung vor, dass der in Verfahrensschritt b) eingesetzte Reaktor insbesondere ein Nukleator ist, in dem optional

Verfahrensschritt c) durchgeführt werden kann, wodurch der Nukleator gleichzeitig ein Kristallisator ist.

In besonders bevorzugter Ausführungsform sieht die vorliegende Erfindung vor, dass die Flash-Verdampfung in Verfahrensschritt b) in einem Reaktor, insbesondere Nukleator, stattfindet und der Kristallisationsprozess in Verfahrensschritt c) in einem Reaktor stattfindet, insbesondere dass der Kristallisationsprozess in Verfahrensschritt c) in einem anderen Reaktor wie die Flash-Verdampfung in Verfahrensschritt b) stattfindet, insbesondere in einem Kristallisator.

Die vorliegende Erfindung sieht demgemäß in besonders bevorzugter Ausführungsform vor, dass Verfahrensschritt b) und Verfahrensschritt c) im gleichen Reaktor, insbesondere Nukleator, stattfinden.

Die vorliegende Erfindung sieht ebenfalls in besonders bevorzugter Ausführungsform vor, dass Verfahrensschritt b) und Verfahrensschritt c) in jeweils einem anderen Reaktor stattfinden, nämlich Verfahrensschritt b) insbesondere in einem Nukleator und Verfahrensschritt c) insbesondere in einem Kristallisator.

Die vorliegende Erfindung sieht in bevorzugter Ausführungsform vor, dass die Flash-Verdampfung in Verfahrensschritt b) in einem Reaktor, insbesondere Nukleator, stattfindet, wobei der Reaktor, insbesondere der Nukleator, mindestens ein Rührwerk aufweist.

In bevorzugter Ausführungsform wird während Verfahrensschritt b) eine mechanische Agitation durchgeführt, das heißt es wird vorzugsweise eine Bewegung, insbesondere ein Rühren, der in Verfahrensschritt a) bereitgestellten Isomalt-haltigen Lösung während der Flash-Verdampfung durchgeführt.

In besonders bevorzugter Ausführungsform wird die mechanische Agitation in Verfahrensschritt b) mittels eines in dem Reaktor, insbesondere Nukleator, vorhandenen mindestens einen Rührwerks durchgeführt.

In vorteilhafter und bevorzugter Weise gewährleistet das in dem Nukleator vorzugsweise vorhandene Rührwerk eine mechanische Agitation, insbesondere eine besonders homogene Durchmischung über den gesamten Reaktorinhalt der in Verfahrensschritt b) zur Flash-Verdampfung erfindungsgemäß eingesetzten Isomalt-haltigen Lösung. Diese, durch das Rührwerk hervorgerufene bevorzugte homogene Durchmischung wird durch Scherung der in

Verfahrensschritt a) bereitgestellten und in Verfahrensschritt b) eingesetzten Isomalt-haltigen Lösung erzielt. Die Steuerung der Scherung in Verfahrensschritt b) trägt in Verbindung mit einer Steuerung der Prozessparameter, insbesondere Druck und/oder Temperatur und/oder der Konzentration der Komponenten 1,1-GPM und/oder 1,6-GPS, insbesondere Temperaturerniedrigung und Erhöhung des Trockensubstanzgehalts dazu bei, eine vorteilhafte schnelle und homogene Kristallkeimbildung zu induzieren, insbesondere an den bevorzugt vorhandenen Rotorblattspitzen des Rührwerks, um die so erzeugten Kristallkeime schnell und homogen über den gesamten Reaktorinhalt zu verteilen, was ein gleichmäßiges Aufwachsen der Kristallkeime und einen gesteuerten Übersättigungsabbau in der gesamten Isomalt-haltigen Lösung gewährleistet.

Überraschenderweise führt die bevorzugt vorgesehene Steuerung der Scherung und/oder der Prozessparameter, insbesondere Druck und/oder Temperatur, zu einer erfindungsgemäß vorteilhaften homogenen Kristallkeimbildung, wobei die durch das bevorzugt vorgesehene Rührwerk hervorgerufene Scherung vorteilhafterweise eine unkontrollierte, erst bei hoher und lokaler Übersättigung auftretende, Kristallkeimbildung vermeidet, die sich aufgrund von fehlender Durchmischung nachteilig langsam und inhomogen vom Entstehungsort über den Rest der Isomalt-haltigen Lösung ausbreitet.

Die durch das bevorzugt eingesetzte Rührwerk des im Verfahrensschritt b) eingesetzten Nukleators hervorgerufene Scherung kann durch Auswahl verschiedener Rührparameter des Rührwerks eingestellt werden, insbesondere ausgewählt aus den Rührparametern Drehgeschwindigkeit, insbesondere der Flügelspitzengeschwindigkeit, Rührwerksgeometrie, insbesondere das dadurch erzeugte Ausmaß der Kavitation an den Rotorblattspitzen sowie Anzahl und/oder Form und/oder Winkel der einzelnen Rührblätter, insbesondere Rotorblätter. Auf diese Weise kann die Kristallkeimbildung, insbesondere die Anzahl der Kristallkeime, gesteuert werden, wobei das Rührwerk insbesondere ein Rotor-Stator-System ist.

Überraschenderweise kann durch die Steuerung der Scherung und/oder Prozessparameter in Verfahrensschritt b) in Verfahrensschritt c) gezielt die Größe und Partikelgrößenverteilung der sich bildenden Kristalle, insbesondere 1,1-GPM-Kristalle, beeinflusst werden. Somit ist es erfindungsgemäß möglich, in Verfahrensschritt c) die in Verfahrensschritt b) erhaltene erste Isomalt-haltige Suspension umfassend eine erste kristalline Phase und eine erste flüssige Phase einem Kristallisationsprozess zu unterziehen, wodurch eine eine zweite kristalline Phase und eine eine zweite flüssige Phase umfassende zweite Isomalt-haltige Suspension erhalten wird,

insbesondere eine eine homogene zweite kristalline Phase und eine zweite flüssige Phase umfassende zweite Isomalt-haltige Suspension, und wobei durch Steuerung der Scherung und/oder der Prozessparameter gezielt die Anzahl und Größenverteilung der in der zweiten kristallinen Phase der zweiten Isomalt-haltigen Suspension enthaltenen 1,1-GPM-Kristalle gesteuert wird.

In bevorzugter Ausführungsform ist das mindestens eine Rührwerk ein Rotor-Stator-System.

Die vorliegende Erfindung sieht besonders bevorzugt vor, dass das Rotor-Stator-System einen Rotor und einen Stator umfasst, insbesondere aus einem Rotor und einem Stator besteht.

Die vorliegende Erfindung sieht besonders bevorzugt vor, dass der Rotor des Rotor-Stator-Systems bevorzugt ein Propellerrührer ist, insbesondere ein Propellerrührer mit mindestens zwei Rotorblättern.

Die vorliegende Erfindung sieht besonders bevorzugt vor, dass der Stator des Rotor-Stator-Systems bevorzugt ein Zentralrohr ist.

Die vorliegende Erfindung sieht besonders bevorzugt vor, dass der Rotor, insbesondere Propellerrührer in dem Stator, insbesondere Zentralrohr, vorliegt, insbesondere so vorliegt, dass eine freie Drehbarkeit des Rotors gewährleistet ist.

Die vorliegende Erfindung sieht besonders bevorzugt vor, dass der Rotor in dem Stator vorliegt, insbesondere so vorliegt, dass durch die in Verfahrensschritt b) bevorzugt vorgesehene mechanische Agitation permanent die erfindungsgemäß in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung auf der Seite der Rotorblätter zugeführt und auf der gegenüberliegenden Seite der Rotorblätter abgeführt werden kann, um eine vollständige Durchmischung des Reaktorinhalts zu gewährleisten.

Die vorliegende Erfindung sieht besonders bevorzugt vor, dass die Rotorblätter des Propellerrührers eine spezifische Form aufweisen, insbesondere eine Rechteckform, eine Trapezform, eine Doppeltrapezform oder eine Rechtecktrapezform.

Die vorliegende Erfindung sieht besonders bevorzugt vor, dass der Rotor des Rotor-Stator-Systems ein Propellerrührer ist, aufweisend mindestens 2 Rotorblätter, insbesondere 3, insbesondere 4, insbesondere 5, bevorzugt 3 Rotorblätter.

Die vorliegende Erfindung sieht besonders bevorzugt vor, dass die Rotorblätter des Propellerrührers, jeweils ausgehend von einer zentralen Befestigungsstelle, in einem Winkel von 36 bis 180 °, insbesondere 45 bis 120 °, insbesondere 72 bis 90 °, bevorzugt 72 ° (berechnet von der Mitte einer Rotorblattspitze zur nächsten) zum benachbarten Rotorblatt vorliegen.

Die vorliegende Erfindung sieht besonders bevorzugt vor, dass der Rotor des Rotor-Stator-Systems ein Propellerrührer ist, aufweisend mindestens 2 Rotorblätter, insbesondere 3, insbesondere 4, insbesondere 5, bevorzugt 3 Rotorblätter die, jeweils ausgehend von einer zentralen Befestigungsstelle, in einem Winkel von 36 bis 180 °, insbesondere 45 bis 120 °, insbesondere 72 bis 90 °, bevorzugt 72 ° (berechnet von der Mitte einer Rotorblattspitze zur nächsten) zum benachbarten Rotorblatt vorliegen.

Die vorliegende Erfindung sieht besonders bevorzugt vor, dass die Rotorblätter des Propellerrührers um ihre Längsachse um 0 °, insbesondere 1 °, insbesondere 5 °, insbesondere 10 °, insbesondere 20 °, insbesondere 30 °, insbesondere 40 °, insbesondere 45 ° (ausgehend von in einer Ebene liegenden Rotorblättern) geneigt sind.

Die vorliegende Erfindung sieht besonders bevorzugt vor, dass der Rotor des Rotor-Stator-Systems ein Propellerrührer ist aufweisend mindestens 2 Rotorblätter, insbesondere 3, insbesondere 4, insbesondere 5, bevorzugt 3 Rotorblätter, die jeweils in einem Winkel von 36 bis 180 °, insbesondere 45 bis 120 °, insbesondere 72 bis 90 °, bevorzugt 72 ° (berechnet von der Mitte einer Rotorblattspitze zur nächsten) zum benachbarten Rotorblatt vorliegen und um die Längsachse des Rotorblatts um 0 °, insbesondere 1 °, insbesondere 5 °, insbesondere 10 °, insbesondere 20 °, insbesondere 30 °, insbesondere 40 °, insbesondere 45 ° (ausgehend von in einer Ebene liegenden Rotorblättern) geneigt sind.

Die vorliegende Erfindung sieht besonders bevorzugt vor, dass der Rotor des Rotor-Stator-Systems ein Propellerrührer ist aufweisend mindestens 2 Rotorblätter, insbesondere 3, insbesondere 4, insbesondere 5 Rotorblätter, bevorzugt 3 Rotorblätter, die jeweils in einem Winkel von 36 bis 180 °, insbesondere 45 bis 120 °, insbesondere 72 bis 90 °, bevorzugt 72 ° (berechnet von der Mitte einer Rotorblattspitze zur nächsten) zum benachbarten Rotorblatt vorliegen, die um die Längsachse des Rotorblatts um 0 °, insbesondere 1 °, insbesondere 5 °, insbesondere 10 °, insbesondere 20 °, insbesondere 30 °, insbesondere 40 °, insbesondere 45 ° (ausgehend von in einer Ebene liegenden Rotorblättern) geneigt sind und die eine spezifische Form

aufweisen, insbesondere eine Rechteckform, eine Trapezform, Doppeltrapezform oder Rechtecktrapezform.

Die erfindungsgemäße Verfahrensweise führt in bevorzugter Ausführungsform dazu, dass im Nukleator Kristallkeime von 1,1-GPM-Dihydrat entstehen, insbesondere selektiv entstehen, das heißt unter zumindest teilweisem, insbesondere vollständigem Ausschluss von 1,6-GPS.

In besonders bevorzugter Ausführungsform der vorliegenden Erfindung ermöglicht die erfindungsgemäße Verfahrensweise, eine erste Isomalt-haltige Suspension in Verfahrensschritt b) bereitzustellen, in der vorwiegend, insbesondere allein Kristallkeime vorliegen, die aus 1,1-GPM, insbesondere 1,1-GPM-Dihydrat, bestehen. Die erfindungsgemäße Verfahrensweise stellt daher in bevorzugter Ausführungsform, insbesondere in Verfahrensschritt b), eine besonders homogen aufgebaute erste Isomalt-haltige Suspension bereit, die sich in bevorzugter Ausführungsform dadurch auszeichnet, dass sämtliche in ihr enthaltenen Kristallkeime aus 1,1-GPM, insbesondere 1,1-GPM-Dihydrat, bestehen. Eine derartige Isomalt-haltige Suspension, enthaltend vorwiegend 1,1-GPM-Kristallkeime, insbesondere eine allein 1,1-GPM-Kristallkeime aufweisende erste kristalline Phase, eignet sich besonders gut für die in Verfahrensschritt c) folgende Kristallisation.

In vorteilhafter und besonders bevorzugter Weise resultiert das erfindungsgemäße Verfahren in erhöhter Arbeitssicherheit, da in der Flash-Verdampfung, insbesondere durch gezielte Steuerung der Scherung und/oder Prozessparameter gegenüber gängigen Kristallkeimungsreaktoren, insbesondere Slurry-Reaktoren, kein Dispergiermedium, insbesondere Alkohole, insbesondere Isopropanol, eingesetzt wird, woraus neben erhöhter Arbeitssicherheit durch reduzierte Explosionsgefahr weiterhin eine Reduktion der Betriebskosten resultiert. Darüber hinaus muss vorteilhafterweise kein Slurry in einem vorgeschalteten Arbeitsschritt bereitgestellt und hinzu dosiert werden.

In vorteilhafter Weise kann das erfindungsgemäße Verfahren, insbesondere und in bevorzugter Ausführungsform unter Steuerung der Scherung und/oder der Prozessparameter, insbesondere der Übersättigung, Temperatur und Druck, homogene Kristallkeime generieren, umfassend 1,1-GPM, insbesondere bestehend aus diesem, wobei die erste flüssige Phase der ersten Isomalt-haltigen Suspension neben Lösungsmittel gelöstes 1,6-GPS enthält, wodurch im anschließenden Kristallisationsprozess besonders reine Kristalle, umfassend, insbesondere bestehend aus, 1,1-GPM oder 1,6-GPS oder 1,1-GPM und 1,6-GPS, erhalten werden. Dies fußt, ohne an die Theorie gebunden zu sein, auf den sehr guten Wachstumseigenschaften der in Verfahrensschritt b)

erfindungsgemäß erhaltenen Kristallkeime, wohingegen es in gängigen technischen Reaktoren, insbesondere Slurry-Reaktoren, durch Prozessschritte zur Entstehung von Bruchkanten kommen kann, wobei bei fortlaufendem Kristallwachstum diese Bruchkanten einen bevorzugten Ort des Kristallwachstums darstellen, das heißt an diesen Bruchkanten erfolgt bevorzugt Kristallisation. Durch bevorzugtes Kristallwachstum an diesen Bruchkanten kommt es zum Einschluss von Lösungsmitteln, insbesondere Wasser, beziehungsweise der erfindungsgemäß vorliegenden flüssigen Phase, insbesondere der Isomalt-haltigen flüssigen Phase, in die Kristallstruktur der erhaltenen Kristalle, wodurch nach Erhalt der kristallinen Phase die Kristalle Verunreinigungen, insbesondere ungewünschte Einschlüsse, aufweisen.

In vorteilhafter Weise wird durch das erfindungsgemäße Verfahren eine besonders gleichmäßige Kristallgrößenverteilung, insbesondere eine durch Steuerung der Scherung und/oder der Prozessparameter einstellbare Kristallgrößenverteilung in den 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherten Phasen erhalten, sodass diese effizient von anderen Phasen, insbesondere flüssigen Phasen, abgetrennt werden können.

Die Erfindung stellt also ein besonders einfaches und effizientes Verfahren zur Herstellung von 1,1-GPM- und/oder von 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzungen aus einer Isomalt-haltigen Lösung bereit, insbesondere von reinem 1,1-GPM und/oder reinem 1,6-GPS, das sich unterschiedliche Löslichkeitsprodukte von 1,1-GPM und 1,6-GPS zunutze macht und wobei zwei separate Phasen erhalten werden, die jeweils gegenüber dem 1,1-GPM-Gehalt beziehungsweise 1,6-GPS-Gehalt der Isomalt-haltigen Lösung gemäß Verfahrensschritt a) einen erhöhten, das heißt angereicherten 1,1-GPM- beziehungsweise 1,6-GPS-Gehalt, aufweisen. Insbesondere ermöglicht es die erfindungsgemäße Verfahrensweise in einem einzigen Verfahren, sowohl eine 1,1-GPM- als auch eine 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung zu erhalten. Erfindungsgemäß kann auch vorgesehen sein, das erfindungsgemäße Verfahren durchzuführen, um lediglich eine 1,1-GPM-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung zu erhalten. Erfindungsgemäß kann in bevorzugter Ausführungsform auch vorgesehen sein, das erfindungsgemäße Verfahren durchzuführen, um lediglich eine 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung bereitzustellen.

Die Erfindung sieht insbesondere vor, dass in Verfahrensschritt a) eine Isomalt-haltige Lösung bereitgestellt wird, die einen Gehalt von 65 bis 90 Gew.-% Isomalt (bezogen auf das Gesamtgewicht der Isomalt-haltigen Lösung) aufweist.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung 70 bis 85 Gew.-%, insbesondere 70 bis 80 Gew.-% Isomalt auf, bevorzugt 72 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 74 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 76 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 70 bis 78 Gew.-%, bevorzugt 74 bis 76 Gew.-%, bevorzugt 70 bis 74 Gew.-%, bevorzugt 70 bis 75 Gew.-%, bevorzugt 70 bis 76 Gew.-%, bevorzugt 72 bis 76 Gew.-%, bevorzugt 74 bis 76 Gew.-%, bevorzugt 75 bis 80 Gew.-%, oder bevorzugt 76 bis 80 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Isomalt-haltigen Lösung).

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform ist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung eine gesättigte Lösung, besonders bevorzugt eine übersättigte Lösung.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung einen Gehalt an 1,1-GPM von 35 bis 61 Gew.-%, bevorzugt 46 bis 56 Gew.-%, bevorzugt 48 bis 55 Gew.-%, bevorzugt 49 bis 54 Gew.-%, bevorzugt 50 bis 53 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz der Isomalt-haltigen Lösung) auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung einen Gehalt an 1,6-GPS von 39 bis 65 Gew.-%, bevorzugt 44 bis 54 Gew.-%, bevorzugt 45 bis 52 Gew.-%, bevorzugt 46 bis 51 Gew.-%, bevorzugt 47 bis 50 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz der Isomalt-haltigen Lösung) auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung einen Gehalt an 1,1-GPM von 35 bis 61 Gew.-%, bevorzugt 46 bis 56 Gew.-%, bevorzugt 48 bis 55 Gew.-%, bevorzugt 49 bis 54 Gew.-%, bevorzugt 50 bis 53 Gew.-% 1,1-GPM und einen Gehalt an 1,6-GPS von 39 bis 65 Gew.-%, bevorzugt 44 bis 54 Gew.-%, bevorzugt 45 bis 52 Gew.-%, bevorzugt 46 bis 51 Gew.-%, bevorzugt 47 bis 50 Gew.-% 1,6-GPS (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz der Isomalt-haltigen Lösung) auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung einen Gehalt an 1,1-GPM von 35 bis 44 Gew.-% und einen

Gehalt an 1,6-GPS von 56 bis 65 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz der Isomalt-haltigen Lösung) auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung einen Gehalt an 1,1-GPM von 35 bis 50 Gew.-%, bevorzugt 37 bis 48 Gew.-%, bevorzugt 39 bis 46 Gew.-%, bevorzugt 39 bis 44 Gew.-%, bevorzugt 39 bis 42 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz der Isomalt-haltigen Lösung) auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung einen Gehalt an 1,6-GPS von 50 bis 65 Gew.-%, bevorzugt 52 bis 63 Gew.-%, bevorzugt 54 bis 61 Gew.-%, bevorzugt 56 bis 59 Gew.-%, bevorzugt 58 bis 59 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz der Isomalt-haltigen Lösung) auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung einen Gehalt an 1,1-GPM von 35 bis 50 Gew.-%, bevorzugt 37 bis 48 Gew.-%, bevorzugt 39 bis 46 Gew.-%, bevorzugt 41 bis 44 Gew.-%, bevorzugt 41 bis 42 Gew.-% 1,1-GPM und einen Gehalt an 1,6-GPS von 50 bis 65 Gew.-%, bevorzugt 52 bis 63 Gew.-%, bevorzugt 54 bis 61 Gew.-%, bevorzugt 56 bis 59 Gew.-%, bevorzugt 58 bis 59 Gew.-% 1,6-GPS (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz der Isomalt-haltigen Lösung) auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung einen Gehalt an 1,1-GPM von 35 bis 50 Gew.-% und einen Gehalt an 1,6-GPS von 50 bis 65 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz der Isomalt-haltigen Lösung) auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung einen Gehalt an 1,1-GPM von 45 bis 57 Gew.-%, bevorzugt 47 bis 56 Gew.-%, bevorzugt 48 bis 55 Gew.-%, bevorzugt 49 bis 54 Gew.-%, bevorzugt 50 bis 53 Gew.-% (bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz der Isomalt-haltigen Lösung) auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung einen Gehalt an 1,6-GPS von 43 bis 55 Gew.-%, bevorzugt 44 bis 53 Gew.-%, bevorzugt 45 bis 52 Gew.-%, bevorzugt 46 bis 51 Gew.-%, bevorzugt 47 bis 50 Gew.-% (bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz der Isomalt-haltigen Lösung) auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung einen Gehalt an 1,1-GPM von 45 bis 57 Gew.-%, bevorzugt 47 bis 56 Gew.-%, bevorzugt 48 bis 55 Gew.-%, bevorzugt 49 bis 54 Gew.-%, bevorzugt 50 bis 53 Gew.-% 1,1-GPM und einen Gehalt an 1,6-GPS von 43 bis 55 Gew.-%, bevorzugt 44 bis 53 Gew.-%, bevorzugt 45 bis 52 Gew.-%, bevorzugt 46 bis 51 Gew.-%, bevorzugt 47 bis 50 Gew.-% 1,6-GPS (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz der Isomalt-haltigen Lösung) auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung einen Gehalt an 1,1-GPM von 45 bis 57 Gew.-% und einen Gehalt an 1,6-GPS von 43 bis 55 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz der Isomalt-haltigen Lösung) auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung eine Temperatur von 50 bis 90 °C auf, bevorzugt 60 bis 90 °C, bevorzugt 61 bis 85 °C, bevorzugt 64 bis 85 °C, bevorzugt 50 bis 80 °C, bevorzugt 60 bis 80 °C, bevorzugt 60 bis 75°C, bevorzugt 64 bis 75 °C, bevorzugt 64 bis 75 °C, oder bevorzugt 64 bis 70 °C. In einer bevorzugten Ausführungsform wird die Isomalt-haltige Lösung in Verfahrensschritt a) auf eine der vorgenannten Temperaturen eingestellt.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung 1,1-GPM, 1,6-GPS und mindestens einen Stoff auf, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus 1,1-GPS, weiteren Desoxy-Disaccharidalkoholen, Polysacchariden, Oligosacchariden, Trisacchariden, Monosacchariden, Disacchariden, Sorbit, Mannit und Isomelezitose.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung 1,1-GPM, 1,6-GPS und mindestens einen Stoff auf, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus 1,1-GPS, weiteren Desoxy-Disaccharidalkoholen,

Oligosacchariden, Trisacchariden, Monosacchariden, Disacchariden, Sorbit, Mannit und Isomelezitose.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte und in Verfahrensschritten b) und c) weiter prozessierte Isomalt-haltige Lösung neben Wasser, 1,1-GPM, 1,6-GPS sowie dem mindestens einen Stoff auf, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus 1,1-GPS, weiteren Desoxy-Disaccharidalkoholen, Oligosacchariden, Trisacchariden, Monosacchariden, Disacchariden, Sorbit, Mannit und Isomelezitose, keine weiteren Substanzen auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte und in Verfahrensschritten b) und c) weiter prozessierte Isomalt-haltige Lösung Isomalt-haltige Lösung kein Gummi arabicum auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte und in Verfahrensschritten b) und c) weiter prozessierte Isomalt-haltige Lösung Isomalt-haltige Lösung neben Wasser und 1,1-GPM und 1,6-GPS keine weiteren Substanzen auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform ist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung eine Lösung von Isomalt in einem Lösungsmittel, insbesondere Wasser, Ethanol, Propanol, Isopropanol, Butanol, Isobutanol oder Mischungen davon. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform ist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung eine wässrige Lösung mit geringen Anteilen an Ethanol, Propanol, Isopropanol, Butanol und/oder Isobutanol, insbesondere 0,1 bis 5 Vol.-% der Alkohole bezogen auf die gesamte wässrige Lösung. In einer weiteren besonders bevorzugten Ausführungsform ist das Lösungsmittel der in Verfahrensschritt a) bereitgestellten Isomalt-haltigen Lösung Wasser, insbesondere vollentsalztes Wasser. Bevorzugt umfasst die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung keine organischen Lösungsmittel.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform ist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung eine wässrige Lösung, insbesondere eine wässrige Lösung, die einen pH-Bereich von 3,0 bis 8,0 aufweist, bevorzugt 3,5 bis 7,5, bevorzugt 4,0 bis 7,0, bevorzugt 4,3 bis 6,5, bevorzugt 4,6 bis 6,0, bevorzugt 4,8 bis 5,5, oder bevorzugt 4,9 bis 5,5, bevorzugt einen pH-Wert von 4,9 aufweist, bevorzugt 6,0, bevorzugt 8,0 bevorzugt 4,5, bevorzugt 4,0, bevorzugt 3,5, bevorzugt 3,0.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird eine Isomalt-haltige Lösung unmittelbar aus Isomalt und Wasser, optional aus Isomalt, Wasser und weiteren zuvor aufgeführten Komponenten, hergestellt.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung in einem vor Verfahrensschritt a) stattfindenden Verfahrensschritt a1) aus einer Isomalt-haltigen Ausgangslösung oder -suspension durch Verdampfung oder Umkehrosmose erhalten. In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird in Verfahrensschritt a1) die erfindungsgemäß in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung aus einer Ausgangslösung oder -suspension von Isomalt in Wasser durch Erhöhung der Temperatur der Lösung oder Suspension, insbesondere bei gegenüber Atmosphärendruck reduziertem Druck, erhalten.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird in Verfahrensschritt a1) die erfindungsgemäß in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung aus einer Ausgangslösung oder -suspension von Isomalt in Wasser durch Umkehrosmose, insbesondere bei gegenüber Atmosphärendruck erhöhtem Druck, hergestellt.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird in Verfahrensschritt a1) die erfindungsgemäß in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung durch Zugabe von kristallinem Isomalt zu Wasser, insbesondere entsalztem Wasser, hergestellt. In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird in Verfahrensschritt a1) die erfindungsgemäß in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung durch Zugabe von kristallinem Isomalt zu einer geringer konzentrierten Ausgangslösung oder -suspension, die Isomalt aufweist, hergestellt.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird in Schritt a1) die in Schritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung aus einer Ausgangslösung oder -suspension hergestellt, die Isomalt aufweist, indem die Ausgangslösung aufkonzentriert wird, bevorzugt durch Verdampfung, insbesondere bei gegenüber Atmosphärendruck reduziertem Druck, Umkehrosmose, insbesondere bei gegenüber Atmosphärendruck erhöhtem Druck und/oder Zugabe von kristallinem Isomalt, oder indem die Ausgangslösung oder -suspension verdünnt wird, bevorzugt durch Zugabe von Wasser, und so die in Schritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung erhalten wird.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die für Verfahrensschritt a1) eingesetzte Isomalt-haltige Ausgangslösung oder -suspension durch selektive Hydrierung, insbesondere 1,6-GPS-selektive Hydrierung erhalten.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die für Verfahrensschritt a1) eingesetzte Isomalt-haltige Ausgangslösung durch selektive Hydrierung, insbesondere durch selektive Hydrierung mittels eines Hydrierungskatalysators, insbesondere eines Hydrierungskatalysators umfassend, insbesondere bestehend aus, Ruthenium oder Rutheniumoxid und einem Katalysatorträger erhalten.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die für Verfahrensschritt a1) eingesetzte Isomalt-haltige Ausgangslösung oder durch selektive Hydrierung, insbesondere durch selektive Hydrierung mittels eines Hydrierungskatalysators umfassend, insbesondere bestehend aus, Nickel, Raney-Nickel oder geträgertem Nickel, erhalten.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt a1) erhaltene Isomalt-haltige Ausgangslösung eine Temperatur von 50 bis 95 °C, insbesondere 55 bis 90 °C, insbesondere 60 bis 85 °C , insbesondere 65 bis 80°C , bevorzugt 65 bis 70 °C.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt a1) erhaltene Isomalt-haltige Ausgangslösung eine um mindestens 10 °C höhere Temperatur auf, bevorzugt mindestens 8 °C, bevorzugt mindestens 5 °C, oder bevorzugt mindestens 3 °C, im Vergleich zur in Verfahrensschritt a) bereitgestellten Isomalt-haltigen Lösung. Bevorzugt wird die in Verfahrensschritt a1) erhaltene Isomalt-haltige Lösung auf eine bevorzugt in Verfahrensschritt a) einzusetzende Temperatur abgekühlt.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform findet Verfahrensschritt a1) in einem Verdampfer statt.

Das erfindungsgemäße Verfahren umfasst nach Verfahrensschritt a) und vor Verfahrensschritt c) in einem Verfahrensschritt b) eine Nukleation mittels Flash-Verdampfung.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird nach Verfahrensschritt a) und vor Verfahrensschritt b) die Temperatur der Isomalt-haltigen Lösung eingestellt. Erfindungsgemäß bevorzugt wird vor der Flash-Verdampfung, also nach Verfahrensschritt a) und vor

Verfahrensschritt b), die Temperatur der zugeführten Isomalt-haltigen Lösung auf 50 bis 90 °C, bevorzugt auf 55 bis 80 °C, besonders bevorzugt auf 60 bis 75 °C, eingestellt.

Bevorzugt weist die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung eine Temperatur von 50 bis 90 °C, bevorzugt 55 bis 80 °C, besonders bevorzugt 60 bis 75 °C, auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die Flash-Verdampfung gemäß Verfahrensschritt b) kontinuierlich durchgeführt.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die Flash-Verdampfung gemäß Verfahrensschritt b) diskontinuierlich durchgeführt.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird bei der Flash-Verdampfung gemäß Verfahrensschritt b) nach Verfahrensschritt a) und vor Verfahrensschritt c) der absolute Druck um mindestens 5 % abgesenkt, bevorzugt um mindestens 10 %, bevorzugt um mindestens 50 %, bevorzugt um mindestens 70 %, oder bevorzugt um mindestens 90 % (jeweils bezogen auf den ursprünglich herrschenden absoluten Atmosphärendruck).

Verfahrensschritte a1), a), c), d) und e) finden bevorzugt bei einem gegenüber Verfahrensschritt b) erhöhtem Druck statt.

Verfahrensschritte a), c), d) und e) finden bevorzugt bei einem gegenüber Verfahrensschritt b) erhöhtem Druck statt.

Verfahrensschritte a1), a), d) und e) finden bevorzugt bei einem gegenüber Verfahrensschritt b) erhöhtem Druck statt.

Verfahrensschritte a), d) und e) finden bevorzugt bei einem gegenüber Verfahrensschritt b) erhöhtem Druck statt.

Verfahrensschritte a1), a), c), d) und e) finden bevorzugt bei Atmosphärendruck statt.

Verfahrensschritte a), c), d) und e) finden bevorzugt bei Atmosphärendruck statt.

Verfahrensschritte a1), a), d) und e) finden bevorzugt bei Atmosphärendruck statt.

Verfahrensschritte a), d) und e) finden bevorzugt bei Atmosphärendruck statt.

In besonders bevorzugter Ausführungsform wird Verfahrensschritt c) unter Atmosphärendruck durchgeführt, wenn Verfahrensschritt c) in Form einer Kühlungskristallisation oder einer isothermen Kristallisation ausgeführt wird. Sofern Verfahrensschritt c) als Verdampfungskristallisation ausgeführt wird, findet Verfahrensschritt c) bevorzugt bei einem gegenüber Atmosphärendruck reduzierten Druck statt, insbesondere Vakuum.

In einer erfindungsgemäß besonders bevorzugten Ausführungsform wird bei der Flash-Verdampfung gemäß Verfahrensschritt b) nach Verfahrensschritt a) und vor Verfahrensschritt c) der absolute Druck verringert, bevorzugt auf 10 bis 500 mbar, bevorzugt auf 20 bis 400 mbar, bevorzugt 30 bis 300 mbar, bevorzugt 50 bis 200 mbar, bevorzugt 90 bis 110 mbar, insbesondere 90 bis 100 mbar.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird bei der Flash-Verdampfung gemäß Verfahrensschritt b) nach Verfahrensschritt a) und vor Verfahrensschritt c) der absolute Druck auf höchstens 500 mbar, bevorzugt höchstens 400 mbar, bevorzugt höchstens 300 mbar, bevorzugt höchstens 200 mbar, bevorzugt höchstens 150 mbar, bevorzugt höchstens 100 mbar, bevorzugt höchstens 80 mbar, bevorzugt höchstens 50 mbar, bevorzugt höchstens 20 mbar, bevorzugt höchstens 10 mbar, verringert.

In einer weiteren erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die Flash-Verdampfung gemäß Verfahrensschritt b) nach Verfahrensschritt a) und vor Verfahrensschritt c) bei einer Temperatur im Bereich von 30 bis 70 °C, bevorzugt 35 bis 65 °C, bevorzugt 30 bis 60 °C, bevorzugt 40 bis 60 °C, bevorzugt 45 bis 55 °C, bevorzugt 50 bis 55 °C durchgeführt.

In einer weiteren erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die Flash-Verdampfung gemäß Verfahrensschritt b) nach Verfahrensschritt a) und vor Verfahrensschritt c) bei einer Temperatur im Bereich von 30 bis 70 °C, bevorzugt 35 bis 65 °C, bevorzugt 40 bis 60 °C, bevorzugt 30 bis 60 °C, bevorzugt 45 bis 55 °C, bevorzugt 50 bis 55 °C und bei verringertem absoluten Druck, bevorzugt bei 10 bis 500 mbar, bevorzugt bei 20 bis 400 mbar, bevorzugt 30 bis 300 mbar, bevorzugt 50 bis 200 mbar, bevorzugt 90 bis 110 mbar durchgeführt, insbesondere bei 90 bis 100 mbar und 50 bis 55 °C.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird bei der Flash-Verdampfung gemäß Verfahrensschritt b) nach Verfahrensschritt a) und vor Verfahrensschritt c) die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung reduziertem absolutem Druck ausgesetzt bis 10 bis 50 %,

insbesondere 15 bis 40 %, insbesondere 20 bis 30 % der in der mittels Verfahrensschritt a) bereitgestellten Isomalt-haltigen Lösung enthaltenen Menge an gelöstem 1,1-GPM in die erste kristalline Phase übergegangen ist und somit eine Anreicherung von 1,1-GPM in der ersten kristallinen Phase und eine Anreicherung von 1,6-GPS in der ersten flüssigen Phase erreicht wird.

Verfahrensschritt b) kann bevorzugt für einen Zeitraum von 2 Minuten bis 12 Stunden, 3 Minuten bis 10 Stunden, bevorzugt 4 Minuten bis 9 Stunden, bevorzugt 1 bis 12 Stunden, bevorzugt 2 bis 8 Stunden, bevorzugt 3 bis 7 Stunden, bevorzugt 4 bis 6 Stunden, bevorzugt 1 bis 5 Stunden, bevorzugt 2 bis 5 Stunden, bevorzugt 3 bis 5 Stunden, bevorzugt 4 bis 5 Stunden, bevorzugt für 5 Stunden, durchgeführt werden.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird Verfahrensschritt b) so durchgeführt, dass während Verfahrensschritt b) 20 bis 30 % des in Verfahrensschritt a) vorhandenen gelösten 1,1-GPM in die erste kristalline Phase übergehen (bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) von 1,1-GPM in der in Verfahrensschritt a) bereitgestellten Lösung).

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die Flash-Verdampfung gemäß Verfahrensschritt b) nach Verfahrensschritt a) und vor Verfahrensschritt c) so durchgeführt, dass während Verfahrensschritt b) der Trockensubstanzgehalt der in Verfahrensschritt a) bereitgestellten Isomalt-haltigen Lösung um 1 bis 10 Gew.-%, bevorzugt 1 bis 8 Gew.-%, bevorzugt 1 bis 6 Gew.-% (bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der bereitgestellten Isomalt-haltigen Lösung und der erhaltenen ersten Isomalt-haltigen Suspension) erhöht wird.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform liegt in der nach der Flash-Verdampfung gemäß Verfahrensschritt b) erhaltenen ersten kristallinen Phase der ersten Isomalt-haltigen Suspension ein Gehalt an 1,1-GPM von 57 bis 100 Gew.-%, bevorzugt 60 bis 100 Gew.-%, bevorzugt 62 bis 99 Gew.-%, bevorzugt 65 bis 99 Gew.-%, bevorzugt 67 bis 95 Gew.-% 1,1-GPM sowie ein Gehalt an 1,6-GPS von 0 bis 43 Gew.-%, bevorzugt 0 bis 40 Gew.-%, bevorzugt 1 bis 38 Gew.-%, bevorzugt 1 bis 35 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 33 Gew.-% 1,6-GPS (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz der nach Verfahrensschritt b) erhaltenen ersten kristallinen Phase der Suspension) vor.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform liegt in der nach der Flash-Verdampfung gemäß Verfahrensschritt b) erhaltenen ersten flüssigen Phase der ersten Isomalt-haltigen Suspension ein Gehalt an 1,1-GPM von 25 bis 35 Gew.-%, bevorzugt 28 bis 34 Gew.-%, bevorzugt 29 bis 33 Gew.-%, bevorzugt 30 bis 32 Gew.-%, bevorzugt 31 Gew.-% 1,1-GPM, sowie ein Gehalt an 1,6-GPS von 65 bis 75 Gew.-%, bevorzugt 66 bis 72 Gew.-%, bevorzugt 67 bis 71 Gew.-%, bevorzugt 68 bis 70 Gew.-%, bevorzugt 68 Gew.-% 1,6-GPS (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der nach Verfahrensschritt b) in der ersten flüssigen Phase verbleibenden Trockensubstanz) vor.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform liegt in der nach der Flash-Verdampfung gemäß Verfahrensschritt b) erhaltenen ersten flüssigen Phase der ersten Isomalt-haltigen Suspension ein Gehalt an Trockensubstanz von 56 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 69 bis 74 Gew.-%, bevorzugt 70 bis 73 Gew.-%, bevorzugt 71 bis 72 Gew.-% (bezogen auf das Gesamtgewicht der nach Verfahrensschritt b) vorliegenden ersten Suspension) vor.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform erfolgt während Verfahrensschritt b) keine Animpfung mit Saatkristallen, insbesondere Isomalt, 1,1-GPM und/oder 1,6-GPS.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird der Kristallisationsprozess gemäß Verfahrensschritt c) in einem Kristallisator durchgeführt.

Die erste Isomalt-haltige Suspension wird in Verfahrensschritt c) bevorzugt Bedingungen ausgesetzt, die eine vollständige Löslichkeit von Isomalt in der eingesetzten ersten flüssigen Phase nicht ermöglichen, sodass eine weitere Kristallisation von Isomalt, bevorzugt 1,1-GPM, erfolgt, insbesondere die erste kristalline Phase weiter mit 1,1-GPM-angereichert wird und die erste flüssige Phase weiter mit 1,6-GPS-angereichert wird, um eine zweite Suspension aufweisend eine zweite kristalline Phase und eine zweite flüssige Phase zu erhalten, wobei die zweite kristalline Phase bevorzugt mit 1,1-GPM und die zweite flüssige Phase bevorzugt mit 1,6-GPS angereichert ist. In einer bevorzugten Ausführungsform liegen 1,6-GPS und 1,1-GPM dabei teilweise gelöst und teilweise ungelöst vor.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform kann die Kristallisation gemäß Verfahrensschritt c) kontinuierlich durchgeführt werden.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform kann die Kristallisation gemäß Verfahrensschritt c) diskontinuierlich durchgeführt werden.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform ist die Kristallisation in Verfahrensschritt c) eine isotherme Kristallisation, eine Kühlungskristallisation und/oder eine Verdampfungskristallisation, insbesondere mehrstufige Verdampfungskristallisation.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die aus Verfahrensschritt b) erhaltene erste Isomalt-haltige Suspension in Verfahrensschritt c) einer Kristallisation, bevorzugt einer isothermen Kristallisation unterzogen. Erfindungsgemäß bevorzugt wird bei Einsatz einer isothermen Kristallisation die Temperatur der ersten Isomalt-haltigen Suspension auf 50 bis 60 °C eingestellt, bevorzugt 52 bis 60 °C, bevorzugt 54 bis 60 °C, bevorzugt 51 bis 59 °C, bevorzugt 52 bis 59 °C, bevorzugt 53 bis 59 °C, bevorzugt 54 bis 59 °C, bevorzugt 52 bis 58 °C, bevorzugt 53 bis 57 °C, bevorzugt 53 bis 58 °C, bevorzugt 54 bis 58 °C, bevorzugt 54 bis 57 °C, bevorzugt 54 bis 57 °C, oder bevorzugt 54 bis 56 °C eingestellt.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform beträgt die Temperatur der isothermen Kristallisation in Verfahrensschritt c) 50 bis 60 °C, bevorzugt 51 bis 60 °C, bevorzugt 52 bis 60 °C, bevorzugt 53 bis 59 °C, bevorzugt 50 bis 59 °C, bevorzugt 51 bis 59 °C, bevorzugt 52 bis 58 °C, bevorzugt 53 bis 58 °C, bevorzugt 54 bis 60 °C, bevorzugt 54 bis 58 °C, bevorzugt 54 bis 56 °C, bevorzugt 53 bis 57 °C, bevorzugt 53 bis 56 °C, oder bevorzugt 54 bis 56 °C. In einer erfindungsgemäß besonders bevorzugten Ausführungsform findet die in Schritt c) durchgeführte isotherme Kristallisation bei der in Schritt c) eingestellten Temperatur statt, wobei freiwerdende Kristallisationsenergie kontinuierlich abgeführt wird.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die isotherme Kristallisation der Isomalt-haltigen Suspension in Verfahrensschritt c) über einen Zeitraum von 10 bis 100 Stunden durchgeführt, bevorzugt 20 bis 100 Stunden, bevorzugt 20 bis 80 Stunden, bevorzugt 20 bis 60 Stunden, bevorzugt 20 bis 52 Stunden, bevorzugt 20 bis 40 Stunden, bevorzugt 30 bis 80 Stunden, bevorzugt 30 bis 70 Stunden, bevorzugt 30 bis 60 Stunden, bevorzugt 30 bis 50 Stunden oder bevorzugt 30 bis 40 Stunden.

In vorteilhafter Weise resultiert das Durchführen des Verfahrensschrittes c) mittels isothermer Kristallisation in einer homogenen Kristallgrößenverteilung, da, ohne an die Theorie gebunden zu sein, die stetige Abnahme der Übersättigung mit fortschreitendem Kristallisationsverlauf die

Gefahr der Feinkornbildung zu späteren Zeitpunkten des Prozesses minimiert. Des Weiteren führt diese Betriebsweise zu einer Verlängerung der Standzeit des zur Kristallisation verwendeten Reaktors, weil eine reduzierte Belagsbildung und/oder reduzierte Inkrustationen gegenüber anderen Kristallisationen, insbesondere Kühlungskristallisationen mit Einsatz einer Kühlrampe, zu beobachten sind. Ohne an die Theorie gebunden zu sein, beruhen die reduzierte Belagsbildung und/oder Inkrustationen auf nur kleinen Temperaturunterschieden zwischen den eingesetzten Kühlelementen und der verwendeten Isomalt-haltigen Suspension (Magma).

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die aus Verfahrensschritt b) erhaltene erste Isomalt-haltige Suspension in Verfahrensschritt c) einer Kristallisation, bevorzugt einer Kühlungskristallisation unterzogen. Erfindungsgemäß bevorzugt wird bei Einsatz einer Kühlungskristallisation die Temperatur der Kühlungskristallisation in Verfahrensschritt c) schrittweise bevorzugt um höchstens 2 K/h, bevorzugt höchstens 1 K/h, bevorzugt höchstens 0,8 K/h, bevorzugt höchstens 0,6 K/h, bevorzugt höchstens 0,4 K/h, bevorzugt höchstens 0,2 K/h, besonders bevorzugt höchstens 0,1 K/h, abgesenkt, um die Ausbeute an mit 1,1-GPM angereicherten Kristallen zusätzlich zu erhöhen. Bevorzugt wird eine Kühlrate von 0,8 bis 1,5 K/h, bevorzugt beginnend bei einer Temperatur von 65 °C und endend bei 37 °C.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die Kühlungskristallisation der Isomalt-haltigen Suspension in Verfahrensschritt c) über einen Zeitraum von 10 bis 100 Stunden durchgeführt, bevorzugt 20 bis 100 Stunden, bevorzugt 20 bis 80 Stunden, bevorzugt 20 bis 60 Stunden, bevorzugt 20 bis 52 Stunden, bevorzugt 20 bis 40 Stunden, bevorzugt 30 bis 80 Stunden, bevorzugt 30 bis 70 Stunden, bevorzugt 30 bis 60 Stunden, bevorzugt 30 bis 50 Stunden oder bevorzugt 30 bis 40 Stunden.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die Kristallisation, insbesondere Verdampfungskristallisation, insbesondere mehrstufige Verdampfungskristallisation, durch Erhöhen der Konzentration der aus Verfahrensschritt b) erhaltenen ersten Isomalt-haltigen Suspension in Verfahrensschritt c) bewirkt, insbesondere wird die Konzentration des Isomalts in der flüssigen Phase der ersten Isomalt-haltigen Suspension erhöht, insbesondere durch einen Mehrfach-Effekt-Verdampfer erhöht.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist der Mehrfach-Effekt-Verdampfer mindestens zwei Reaktoren auf, bevorzugt mindestens 3 Reaktoren, bevorzugt mindestens 4 Reaktoren, bevorzugt mindestens 5 Reaktoren, bevorzugt mindestens 6 Reaktoren, bevorzugt

mindestens 7, bevorzugt maximal 3 Reaktoren, bevorzugt maximal 4 Reaktoren, bevorzugt maximal 5 Reaktoren, bevorzugt maximal 6 Reaktoren, bevorzugt maximal 7 Reaktoren.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird durch den Mehrfach-Effekt-Verdampfer mindestens ein Lösungsmittel ganz oder teilweise entfernt, bevorzugt ein Lösungsmittel, bevorzugt mehrere Lösungsmittel, insbesondere bevorzugt Wasser und mindestens ein Alkohol. Die Konzentration des Isomalts in der flüssigen Phase der zweiten Isomalt-haltigen Suspension in Verfahrensschritt c) wird erfindungsgemäß bevorzugt derart eingestellt, dass die Menge an Lösungsmittel nicht ausreicht, bei einer vorgegebenen Temperatur die gesamte Menge an Isomalt zu lösen.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform liegt der Druck im Mehrfach-Effekt-Verdampfer in Verfahrensschritt c) bei 0,01 bis 2 bar, bevorzugt 0,01 bis 1 bar, bevorzugt 0,01 bis 0,5 bar, bevorzugt 0,1 bis 1 bar, bevorzugt 0,1 bis 0,5 bar.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform ist die Verdampfungskristallisation in Verfahrensschritt c) in den jeweiligen Reaktoren des Mehrfach-Effekt-Verdampfers jeweils, also pro Reaktor, eine isotherme Kristallisation.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform ist der Druck in einem folgenden Reaktor im Mehrfach-Effekt-Verdampfer in Verfahrensschritt c) im Vergleich zu einem vorhergehenden Reaktor um mindestens 5 % reduziert, bevorzugt um mindestens 10 %, bevorzugt um mindestens 12 %, bevorzugt um mindestens 15 %, oder bevorzugt um mindestens 20 %.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform ist die Temperatur in einem folgenden Reaktor im Mehrfach-Effekt-Verdampfer in Verfahrensschritt c) im Vergleich zu einem vorhergehenden Reaktor um mindestens 5 % reduziert, bevorzugt um mindestens 10 %, bevorzugt um mindestens 12 %, bevorzugt um mindestens 15 %, oder bevorzugt um mindestens 20 %.

Das Mengenverhältnis an 1,1-GPM und 1,6-GPS in der mit 1,1-GPM-angereicherten zweiten kristallinen Phase und in der mit 1,6-GPS-angereicherten zweiten flüssigen Phase kann durch die Temperatur und/oder den Druck, insbesondere den Temperaturverlauf und/oder den Druckverlauf in den einzelnen Reaktoren im Mehrfach-Effekt-Verdampfer eingestellt werden.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die Verdampfungskristallisation der Isomalt-haltigen Suspension in Verfahrensschritt c) über einen Zeitraum von 1 Minute bis 14 Stunden durchgeführt, insbesondere durch einen Mehrfach-Effekt-Verdampfer.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform erfolgt während der Kristallisation in Verfahrensschritt c) keine Animpfung mit Impfkristallen, insbesondere Isomalt, 1,1-GPM und/oder 1,6-GPS.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform erfolgt während des Verfahrens, insbesondere während einer erfindungsgemäß bevorzugten isothermen Kristallisation in Verfahrensschritt c), keine Animpfung mit Impfkristallen, insbesondere Isomalt, 1,1-GPM und/oder 1,6-GPS.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform erfolgt während der Verfahrensschritte b) und c) keine Animpfung mit Impfkristallen, insbesondere Isomalt, 1,1-GPM und/oder 1,6-GPS.

In einer weiteren erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird in Verfahrensschritt c) kristallines Isomalt, 1,1-GPM oder 1,6-GPS in reiner oder nahezu reiner Form als Impfkristall zugegeben. Nach Einbringen von Impfkristallen in die Isomalt-haltige Lösung lösen sich die leichter löslichen 1,6-GPS-Kristalle, während die weniger löslichen 1,1-GPM-Kristalle als Kristallisationskeime verbleiben.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt c) mit 1,1-GPM-angereicherte zweite kristalline Phase ein Gemisch aus 1,1-GPM und 1,6-GPS mit 57 bis 99 Gew.-% 1,1-GPM und 43 bis 1 Gew.-% 1,6-GPS auf, bevorzugt von 60 bis 80 Gew.-% 1,1-GPM und 20 bis 40 Gew.-% 1,6- GPS, bevorzugt 60 bis 75 Gew.-% 1,1-GPM und 25 bis 40 Gew.-% 1,6-GPS, bevorzugt 65 bis 75 Gew.-% 1,1-GPM und 25 bis 35 Gew.-% 1,6-GPS auf (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der zweiten kristallinen Phase).

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt c) mit 1,6-GPS-angereicherte zweite flüssige Phase ein Gemisch aus 1,1-GPM und 1,6-GPS mit 43 bis 1 Gew.-% 1,1-GPM und 57 bis 99 Gew.-% 1,6-GPS auf, bevorzugt 20 bis 25 Gew.-% 1,1-GPM und 80 bis 75 Gew.-% 1,6-GPS (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der zweiten flüssigen Phase).

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt d) abgetrennte zweite kristalline Phase mindestens 60 Gew.-% 1,1-GPM auf, bevorzugt mindestens 67 Gew.-%, bevorzugt mindestens 75 Gew.-%, bevorzugt mindestens 80 Gew.-%, bevorzugt mindestens 85 Gew.-%, bevorzugt mindestens 90 Gew.-%, oder bevorzugt mindestens 95 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht (TS) der zweiten kristallinen Phase).

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt d) abgetrennte zweite kristalline Phase mindestens 99 Gew.-%, insbesondere 100 Gew.-% 1,1-GPM (bezogen auf das Gesamtgewicht (TS) der zweiten kristallinen Phase) auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt d) abgetrennte zweite kristalline Phase höchstens 40 Gew.-% 1,6-GPS auf, bevorzugt höchstens 32 Gew.-%, bevorzugt höchstens 25 Gew.-%, bevorzugt höchstens 20 Gew.-%, bevorzugt höchstens 15 Gew.-%, bevorzugt höchstens 10 Gew.-%, oder bevorzugt höchstens 5 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht (TS) der zweiten kristallinen Phase).

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt d) abgetrennte zweite kristalline Phase höchstens 1 Gew.-%, insbesondere 0 Gew.-% 1,6-GPS (bezogen auf das Gesamtgewicht (TS) der zweiten kristallinen Phase) auf.

In einer erfindungsgemäß besonders bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt d) abgetrennte kristalline Phase kein oder nahezu kein 1,6-GPS auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt d) abgetrennte zweite kristalline Phase 60 bis 75 Gew.-% 1,1-GPM, insbesondere 60 bis 72 Gew.-% 1,1-GPM auf, bevorzugt 65 bis 71 Gew.-%, bevorzugt 66 bis 70 Gew.-%, 67 bis 69 Gew.-%, bevorzugt 68 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der zweiten kristallinen Phase) 1,1-GPM und 25 bis 40 Gew.-%, insbesondere 28 bis 40 Gew.-% 1,6-GPS auf, bevorzugt 29 bis 35 Gew.-%, bevorzugt 30 bis 34 Gew.-%, 31 bis 33 Gew.-%, bevorzugt 32 Gew.-% 1,6-GPS (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht (TS) der zweiten kristallinen Phase).

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt d) abgetrennte zweite kristalline Phase 60 bis 75 Gew.-% 1,1-GPM, insbesondere 65 bis 71 Gew.-%, 1,1-GPM (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der zweiten kristallinen Phase) und 25 bis 40

Gew.-%, insbesondere 29 bis 35 Gew.-%, 1,6-GPS (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht (TS) der zweiten kristallinen Phase) auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt d) abgetrennte zweite kristalline Phase ein Längen-zu-Breiten-Verhältnis der in ihr enthaltenen Kristalle von 7,0 bis 10,5, insbesondere von 7,5 bis 10,0, insbesondere von 7,5 bis 9,0, insbesondere von 7,5 bis 8,5, insbesondere von 8,0 (jeweils Mittelwert) auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt d) abgetrennte zweite kristalline Phase ein Längen-zu-Breiten-Verhältnis der in ihr enthaltenen Kristalle von 6,5 bis 10,0, insbesondere von 7,0 bis 9,5, insbesondere von 7,5 bis 9,0, insbesondere von 7,5 bis 8,5, insbesondere von 7,8 (jeweils Median) auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt d) abgetrennte zweite flüssige Phase 15 bis 32 Gew.-% 1,1-GPM auf, bevorzugt 17 bis 30 Gew.-%, bevorzugt 19 bis 28 Gew.-%, 20 bis 26 Gew.-%, bevorzugt 21 bis 24 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der zweiten flüssigen Phase).

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt d) abgetrennte zweite flüssige Phase mindestens 72 Gew.-% 1,6-GPS auf, bevorzugt mindestens 75 Gew.-%, bevorzugt mindestens 80 Gew.-%, bevorzugt mindestens 85 Gew.-%, oder bevorzugt mindestens 90 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der zweiten flüssigen Phase).

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt d) abgetrennte zweite flüssige Phase 68 bis 85 Gew.-% 1,6-GPS auf, bevorzugt 70 bis 83 Gew.-%, bevorzugt 72 bis 81 Gew.-%, 74 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 76 bis 79 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der zweiten flüssigen Phase).

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt d) abgetrennte zweite flüssige Phase 15 bis 32 Gew.-% 1,1-GPM auf, bevorzugt 17 bis 30 Gew.-%, bevorzugt 19 bis 28 Gew.-%, bevorzugt 20 bis 26 Gew.-%, bevorzugt 21 bis 24 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der zweiten flüssigen Phase) 1,1-GPM und 68 bis 85 Gew.-% 1,6-GPS auf, bevorzugt 70 bis 83 Gew.-%, bevorzugt 72 bis 81 Gew.-%,

bevorzugt 74 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 76 bis 79 Gew.-% 1,6-GPS (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der zweiten flüssigen Phase).

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt d) abgetrennte zweite flüssige Phase 15 bis 32 Gew.-% 1,1-GPM (bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der zweiten flüssigen Phase) und 68 bis 85 Gew.-% 1,6-GPS auf (bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der zweiten flüssigen Phase).

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform enthält die mit 1,1-GPM-angereicherte abgetrennte zweite kristalline Phase höchstens 20 Gew.-% Wasser, bevorzugt höchstens 18 Gew.-% Wasser, bevorzugt höchstens 15 Gew.-% Wasser, bevorzugt höchstens 13 Gew.-% Wasser, bevorzugt 5 bis 20 Gew.-% Wasser, bevorzugt 8 bis 18 Gew.-% Wasser, bevorzugt 10 bis 15 Gew.-% Wasser, oder bevorzugt 11 bis 13 Gew.-% Wasser (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der mit 1,1-GPM-angereicherten zweiten kristallinen Phase).

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die mit 1,1-GPM-angereicherte zweite kristalline Phase in Verfahrensschritt d) von der mit 1,6-GPS-angereicherten zweiten flüssigen Phase durch Dekantieren, Filtrieren, Sedimentieren oder Zentrifugieren abgetrennt, insbesondere bevorzugt durch Zentrifugieren. Eine erfindungsgemäß vorgesehene Abtrennung, insbesondere Zentrifugation, führt zu einer Abtrennung der zweiten flüssigen Phase von der zweiten kristallinen Phase, die mit 1,1-GPM angereichert ist, während die zweite flüssige Phase mit 1,6-GPS angereichert ist.

Die abgetrennte 1,1-GPM-angereicherte zweite kristalline Phase kann in weiteren Aufreinigungs- und Konzentrierungsschritten zu einer 1,1-GPM-angereicherten Zusammensetzung, insbesondere zu kristallinem 1,1-GPM mit einer Reinheit von mindestens 95 Gew.-%, bevorzugt mindestens 96 Gew.-%, bevorzugt mindestens 97 Gew.-%, bevorzugt mindestens 98 Gew.-% oder bevorzugt mindestens 99 Gew.-% (jeweils Gewicht von 1,1-GPM bezogen auf das Gesamtgewicht (TS) der Zusammensetzung) weiterverarbeitet werden.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die 1,1-GPM-angereicherte zweite kristalline Phase nach Verfahrensschritt d) getrocknet und in Verfahrensschritt e) als feste 1,1-GPM-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung erhalten.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die mit 1,6-GPS-angereicherte zweite flüssige Phase nach Verfahrensschritt d) mindestens einmal aufkonzentriert, bevorzugt mindestens zweimal aufkonzentriert oder bevorzugt mindestens dreimal aufkonzentriert, und in Verfahrensschritt e) als flüssige 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung erhalten.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die mit 1,6-GPS-angereicherte zweite flüssige Phase nach Verfahrensschritt d) auf mindestens 60 Gew.-% Trockensubstanzgehalt aufkonzentriert, bevorzugt mindestens 65 Gew.-%, bevorzugt mindestens 70 Gew.-%, bevorzugt mindestens 75 Gew.-%, bevorzugt mindestens 80 Gew.-%, bevorzugt mindestens 85 Gew.-%, bevorzugt mindestens 90 Gew.-%, oder bevorzugt mindestens 95 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Zusammensetzung) und in Verfahrensschritt e) als flüssige 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung erhalten.

In einer weiteren erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die 1,6-GPS-angereicherte zweite flüssige Phase in weiteren Aufreinigungs- und Konzentrationsschritten zu einer 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzung, insbesondere zu kristallinem 1,6-GPS mit einem Trockensubstanzgehalt von mindestens 95 Gew.-%, bevorzugt mindestens 96 Gew.-%, bevorzugt mindestens 97 Gew.-%, bevorzugt mindestens 98 Gew.-%, oder bevorzugt mindestens 99 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der Isomalt-Zusammensetzung) weiterverarbeitet.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung aus der 1,6-GPS-angereicherten zweiten flüssigen Phase erhalten, indem die 1,6-GPS-angereicherte zweite flüssige Phase aufkonzentriert und anschließend kühlungskristallisiert wird, bevorzugt findet die Kühlungskristallisation in einem Temperaturbereich von 40 bis 60 °C statt, bevorzugt 50 bis 60 °C, bevorzugt 40 bis 50 °C, oder bevorzugt 45 bis 55 °C, und bevorzugt bei Kühlraten von 0,1 bis 0,3 K/h, bevorzugt 0,2 bis 0,3 K/h, oder bevorzugt 0,1 bis 0,2 K/h. Die Aufkonzentrierung und die Kühlungskristallisation werden gegebenenfalls unter gleichen Bedingungen wiederholt, bis eine gewünschte Kristallmenge erhalten wird.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird nach Verfahrensschritt d) die mit 1,6-GPS-angereicherte zweite flüssige Phase getrocknet und in Verfahrensschritt e) als eine feste 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung erhalten.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform wird die mit 1,6-GPS-angereicherte zweite flüssige Phase nach Verfahrensschritt d) getrocknet und in Verfahrensschritt e) als feste 1,6-GPS angereicherte Isomalt-Zusammensetzung, insbesondere als kristallines Produkt, erhalten.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform enthält die getrocknete 1,6-GPS-angereicherte Zusammensetzung bevorzugt 0,05 bis 6 Gew.-% Wasser, bevorzugt 2,0 bis 3,0 Gew.-% Wasser, bevorzugt 0,05 bis 2,5 Gew.-% Wasser, bevorzugt 0,05 bis 1 Gew.-% Wasser, bevorzugt 0,1 bis 0,5 Gew.-% Wasser, bevorzugt maximal 6,0 Gew.-% Wasser, bevorzugt maximal 4,0 Gew.-% Wasser, bevorzugt maximal 2,5 Gew.-% bevorzugt maximal 2,0 Gew.-% Wasser, bevorzugt maximal 1,0 Gew.-% Wasser oder bevorzugt maximal 0,5 Gew.-% Wasser (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der mit 1,6-GPS-angereicherten kristallinen Zusammensetzung).

In einem weiteren Aspekt stellt die vorliegende Erfindung nach dem erfindungsgemäßen Verfahren herstellbare, insbesondere hergestellte 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzungen bereit.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die 1,1-GPM-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung 60 bis 72 Gew.-% 1,1-GPM auf, bevorzugt 65 bis 71 Gew.-%, bevorzugt 66 bis 70 Gew.-%, bevorzugt 67 bis 69 Gew.-%, bevorzugt 67 oder 68 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der 1,1-GPM-angereicherten Zusammensetzung).

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung weist die 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung 15 bis 32 Gew.-% 1,1-GPM, bevorzugt 17 bis 30 Gew.-%, bevorzugt 19 bis 28 Gew.-%, bevorzugt 20 bis 26 Gew.-%, bevorzugt 21 bis 14 Gew.-% 1,1-GPM und 68 bis 85 Gew.-%, insbesondere 70 bis 83 Gew.-%, insbesondere 72 bis 81 Gew.-%, insbesondere 74 bis 80 Gew.-%, insbesondere 76 bis 79 Gew.-% 1,6-GPS auf (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der 1,6-GPS-angereicherten Zusammensetzung).

Die Erfindung betrifft in bevorzugter Ausführungsform eine 1,1-GPM-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung, aufweisend 60 bis 75 Gew.-% 1,1-GPM und 25 bis 40 Gew.-% 1,6-GPS, insbesondere herstellbar nach einem erfindungsgemäßen Verfahren (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der Zusammensetzung).

Die Erfindung betrifft in bevorzugter Ausführungsform eine 1,1-GPM-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung, aufweisend 60 bis 75 Gew.-% 1,1-GPM und 25 bis 40 Gew.-% 1,6-GPS (jeweils bezogen auf die Trockensubstanz der Gesamtmenge an 1,1-GPM und 1,6-GPS), insbesondere herstellbar nach einem erfindungsgemäßen Verfahren, insbesondere mit einem 1,1-GPM-Gehalt von mindestens 60 Gew.-% (bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der Zusammensetzung).

Die Erfindung betrifft in bevorzugter Ausführungsform eine 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung, aufweisend 15 bis 32 Gew.-% 1,1-GPM und 68 bis 85 Gew.-% 1,6-GPS, insbesondere herstellbar nach einem erfindungsgemäßen Verfahren (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der Zusammensetzung).

Die Erfindung betrifft in bevorzugter Ausführungsform eine 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung, aufweisend 15 bis 32 Gew.-% 1,1-GPM und 68 bis 85 Gew.-% 1,6-GPS (jeweils bezogen auf die Trockensubstanz der Gesamtmenge an 1,1-GPM und 1,6-GPS), insbesondere herstellbar nach einem erfindungsgemäßen Verfahren, insbesondere mit einem 1,6-GPS-Gehalt von mindestens 68 Gew.-% (bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der Zusammensetzung).

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt e) erhaltene mit 1,1-GPM-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung mindestens 61 Gew.-% 1,1-GPM auf, bevorzugt mindestens 75 Gew.-% bevorzugt mindestens 80 Gew.-%, bevorzugt mindestens 85 Gew.-%, bevorzugt mindestens 90 Gew.-%, bevorzugt mindestens 94 Gew.-%, bevorzugt mindestens 95 Gew.-%, bevorzugt mindestens 96 Gew.-%, bevorzugt mindestens 99 Gew.-%, bevorzugt 75 bis 95 Gew.-%, bevorzugt 75 bis 90 Gew.-%, bevorzugt 75 bis 85 Gew.-%, oder bevorzugt 80 bis 99 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der 1,1-GPM-angereicherten Isomalt-Zusammensetzung).

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die in Verfahrensschritt e) erhaltene mit 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung mindestens 72 Gew.-% 1,6-GPS auf, bevorzugt mindestens 75 Gew.-%, bevorzugt mindestens 80 Gew.-%, bevorzugt mindestens 85 Gew.-%, bevorzugt mindestens 90 Gew.-%, bevorzugt mindestens 95 Gew.-%, bevorzugt mindestens 99 Gew.-%, bevorzugt 72 bis 95 Gew.-%, bevorzugt 72 bis 90 Gew.-%, bevorzugt 72 bis 85 Gew.-%, oder bevorzugt 80 bis 99 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzung).

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform liegt die 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung in kristalliner Form vor.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die erfindungsgemäße 1,1-GPM-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung, welche bevorzugt eine oder mehrere der vorstehend charakterisierten bevorzugten erfindungsgemäßen 1,1-GPM-angereicherten Isomalt-Zusammensetzungen ist, ein Längen-zu-Breiten-Verhältnis der in ihr enthaltenen Kristalle von 7,0 bis 10,5, insbesondere von 7,5 bis 10,0, insbesondere von 7,5 bis 9,0, insbesondere von 7,5 bis 8,5, insbesondere von 8,0 (jeweils Mittelwert) auf.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die erfindungsgemäße 1,1-GPM-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung, welche bevorzugt eine oder mehrere der vorstehend charakterisierten bevorzugten erfindungsgemäßen 1,1-GPM-angereicherten Isomalt-Zusammensetzungen ist, ein Längen-zu-Breiten-Verhältnis der in ihr enthaltenen Kristalle von 6,5 bis 10,0, insbesondere von 7,0 bis 9,5, insbesondere von 7,5 bis 9,0, insbesondere von 7,5 bis 8,5, insbesondere von 7,8 (jeweils Median) auf.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform liegt die 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung in semikristalliner oder amorpher Form vor.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die erfindungsgemäße 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung neben den Komponenten 1,1-GPM und 1,6-GPS mindestens eine weitere Komponente auf, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Mannit, Sorbit, Saccharose, 1,1-GPS (1-O-α-D-Glucopyranosyl-D-sorbit), Glycosylglycitolen, Desoxy-Disaccharidalkoholen, GPI (Glucopyranosyl-idit), Isomaltose, Isomaltulose und Isomelezitose.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die erfindungsgemäße 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung 0,01 bis 0,3 Gew.-% Mannit auf, bevorzugt 0,01 bis 0,2 Gew.-%, bevorzugt 0,01 bis 0,1 Gew.-%, bevorzugt 0,01 bis 0,06 Gew.-%, 0,02 bis 0,3 Gew.-%, bevorzugt 0,02 bis 0,2 Gew.-%, bevorzugt 0,02 bis 0,1 Gew.-%, oder bevorzugt 0,02 bis 0,06 Gew.-%, bevorzugt höchstens 0,3 Gew.-% Mannit, bevorzugt höchstens 0,2 Gew.-%, bevorzugt höchstens 0,1 Gew.-%, oder bevorzugt höchstens 0,06 Gew.% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht (TS) der 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzung).

In einer erfindungsgemäß bevorzugen Ausführungsform enthält die erfindungsgemäße 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung kein Mannit.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die erfindungsgemäße 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung 0,01 bis 0,4 Gew.-% Sorbit auf, bevorzugt 0,01 bis 0,2 Gew.-%, bevorzugt 0,01 bis 0,1 Gew.-%, bevorzugt 0,01 bis 0,04 Gew.-%, bevorzugt 0,02 bis 0,4 Gew.-%, bevorzugt 0,02 bis 0,02 Gew.-%, bevorzugt 0,02 bis 0,1 Gew.-%, oder bevorzugt 0,02 bis 0,04 Gew.-%, bevorzugt höchstens 0,4 Gew.-% Sorbit, bevorzugt höchstens 0,2 Gew.-%, bevorzugt höchstens 0,1 Gew.-%, oder bevorzugt höchstens 0,04 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht (TS) der 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzung).

In einer erfindungsgemäß bevorzugen Ausführungsform enthält die erfindungsgemäße 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung kein Sorbit.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die erfindungsgemäße 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung 0,01 bis 2 Gew.-% Saccharose auf, bevorzugt 0,01 bis 1 Gew.-%, bevorzugt 0,01 bis 0,6 Gew.-%, bevorzugt 0,01 bis 0,4 Gew.-%,, oder bevorzugt 0,01 bis 0,1 Gew.-%, bevorzugt höchstens 2 Gew.-% Saccharose, bevorzugt höchstens 1 Gew.-%, bevorzugt höchstens 0,6 Gew.-%, bevorzugt höchstens 0,4 Gew.-%, oder bevorzugt höchstens 0,1 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht (TS) der 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzung).

In einer erfindungsgemäß bevorzugen Ausführungsform enthält die erfindungsgemäße 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung keine Saccharose.

In einer bevorzugten Ausführungsform weist die erfindungsgemäße 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung 0,1 bis 10 Gew.-% 1,1-GPS auf, bevorzugt 0,1 bis 8 Gew.-%, bevorzugt 0,1 bis 6 Gew.-%, bevorzugt 0,1 bis 4 Gew.-%, bevorzugt 0,1 bis 2 Gew.-%, bevorzugt 0,1 bis 1 Gew.-%, bevorzugt 0,1 bis 0,6 Gew.-%, bevorzugt 0,1 bis 0,4 Gew.-%, bevorzugt 0,1 bis 0,2 Gew.-%, bevorzugt 0,2 bis 10 Gew.-%, bevorzugt 0,2 bis 8 Gew.-%, bevorzugt 0,2 bis 6 Gew.-%, bevorzugt 0,2 bis 4 Gew.-%, bevorzugt 0,2 bis 2 Gew.-%, bevorzugt 0,2 bis 1 Gew.-%, bevorzugt 0,2 bis 0,6 Gew.-%, oder bevorzugt 0,2 bis 0,4 Gew.-%, bevorzugt höchstens 10 Gew.-% 1,1-GPS, bevorzugt höchstens 8 Gew.-%, bevorzugt höchstens 6 Gew.-%, bevorzugt höchstens 4 Gew.-%, bevorzugt höchstens 2 Gew.-%, bevorzugt höchstens 1 Gew.-%,

bevorzugt höchstens 0,6 Gew.-%, bevorzugt höchstens 0,4 Gew.-%, oder bevorzugt höchstens 0,2 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht (TS) der 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzung).

In einer erfindungsgemäß besonders bevorzugten Ausführungsform enthält die erfindungsgemäße 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung kein 1,1-GPS.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die erfindungsgemäße 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung 0,01 bis 2 Gew.-% Glycosylglycitole auf, bevorzugt 0,01 bis 1 Gew.-%, bevorzugt 0,01 bis 0,6 Gew.-%, bevorzugt 0,01 bis 0,4 Gew.-%, bevorzugt 0,01 bis 0,1 Gew.-%, bevorzugt 0,03 bis 2 Gew.-%, bevorzugt 0,03 bis 1 Gew.-%, bevorzugt 0,03 bis 0,6 Gew.-%, bevorzugt 0,03 bis 0,4 Gew.-%, bevorzugt 0,03 bis 0,1 Gew.-%, oder bevorzugt 0,03 bis 0,1 Gew.-%, bevorzugt höchstens 2 Gew.-% Glycosylglycitole, bevorzugt höchstens 0,6 Gew.-%, bevorzugt höchstens 0,4 Gew.-%, oder bevorzugt höchstens 0,1 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht (TS) der 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzung).

In einer erfindungsgemäß bevorzugen Ausführungsform enthält die erfindungsgemäße 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung keine Glycosylglycitole.

In einer bevorzugten Ausführungsform weist die erfindungsgemäße 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung 0,01 bis 2 Gew.-% Desoxy-Disaccharidalkohole auf, bevorzugt 0,01 bis 1 Gew.-%, bevorzugt 0,01 bis 0,6 Gew.-%, bevorzugt 0,01 bis 0,2 Gew.-%, bevorzugt 0,01 bis 0,1 Gew.-%, bevorzugt 0,03 bis 2 Gew.-%, bevorzugt 0,03 bis 1 Gew.-%, bevorzugt 0,03 bis 0,6 Gew.-%, bevorzugt 0,03 bis 0,2 Gew.-%, oder bevorzugt 0,03 bis 0,1 Gew.-%, bevorzugt höchstens 2 Gew.-% Desoxy-Disaccharidalkohole, bevorzugt höchstens 1 Gew.-%, bevorzugt höchstens 0,6 Gew-%, bevorzugt höchstens 0,2 Gew.-%, oder bevorzugt höchstens 0,1 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht (TS) der 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzung).

In einer erfindungsgemäß besonders bevorzugten Ausführungsform enthält die erfindungsgemäße 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung keine Desoxy-Disaccharidalkohole. In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die erfindungsgemäße 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung 0,01 bis 2 Gew.-% GPI auf, bevorzugt 0,01 bis 1 Gew.-%, bevorzugt 0,01 bis 0,6 Gew.-%, bevorzugt

0,01 bis 0,4 Gew.-%,, oder bevorzugt 0,01 bis 0,1 Gew.-%, bevorzugt höchstens 2 Gew.-% GPI, bevorzugt höchstens 1 Gew.-%, bevorzugt höchstens 0,6 Gew.-%, bevorzugt höchstens 0,4 Gew.-%, oder bevorzugt höchstens 0,1 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht (TS) der 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzung).

In einer erfindungsgemäß bevorzugen Ausführungsform enthält die erfindungsgemäße 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung kein GPI.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die erfindungsgemäße 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung 0,01 bis 2 Gew.-% Isomaltose auf, bevorzugt 0,01 bis 1 Gew.-%, bevorzugt 0,01 bis 0,6 Gew.-%, bevorzugt 0,01 bis 0,4 Gew.-%,, oder bevorzugt 0,01 bis 0,1 Gew.-%, bevorzugt höchstens 2 Gew.-% GPI, bevorzugt höchstens 1 Gew.-%, bevorzugt höchstens 0,6 Gew.-%, bevorzugt höchstens 0,4 Gew.-%, oder bevorzugt höchstens 0,1 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht (TS) der 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzung).

In einer erfindungsgemäß bevorzugen Ausführungsform enthält die erfindungsgemäße 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung keine Isomaltose.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die erfindungsgemäße 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung 0,01 bis 2 Gew.-% Isomelezitose auf, bevorzugt 0,01 bis 1 Gew.-%, bevorzugt 0,01 bis 0,6 Gew.-%, bevorzugt 0,01 bis 0,4 Gew.-%,, oder bevorzugt 0,01 bis 0,1 Gew.-%, bevorzugt höchstens 2 Gew.-% GPI, bevorzugt höchstens 1 Gew.-%, bevorzugt höchstens 0,6 Gew.-%, bevorzugt höchstens 0,4 Gew.-%, oder bevorzugt höchstens 0,1 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht (TS) der 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzung).

In einer erfindungsgemäß bevorzugen Ausführungsform enthält die erfindungsgemäße 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung keine Isomelezitose.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die erfindungsgemäße 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung eine Partikelgrößenverteilung auf, gemäß derer mindestens 90 % der Partikel eine Partikelgröße, insbesondere einen Durchmesser, von 100 bis 1000 µm aufweisen, bevorzugt 100 bis 800 µm, bevorzugt 100 bis 200 µm, bevorzugt

100 bis 500 µm, bevorzugt 200 bis 800 µm, bevorzugt 300 bis 600 µm, bevorzugt 20 bis 80 µm, bevorzugt 40 bis 80 µm, oder bevorzugt 50 bis 100 µm.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform weist die erfindungsgemäße 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung eine Partikelgrößenverteilung auf, gemäß derer mindestens 90 % der Partikel eine Partikelgröße, insbesondere einen Durchmesser, von höchstens 1000 µm aufweisen, bevorzugt höchstens 800 µm, bevorzugt höchstens 600 µm, bevorzugt höchstens 500 µm, bevorzugt höchstens 400 µm, bevorzugt höchstens 200 µm, bevorzugt höchstens 100 µm, bevorzugt höchstens 80 µm, bevorzugt höchstens 40 µm, bevorzugt höchstens 20 µm.

In einem weiteren Aspekt stellt die vorliegende Erfindung auch die Verwendung der nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzungen in Produkten für den menschlichen und/oder tierischen Verzehr bereit. Bevorzugt ist das Produkt für den menschlichen oder tierischen Verzehr ein Nahrungs- oder Genussmittel oder ein pharmazeutisches Produkt.

In einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform ist das Nahrungs- oder Genussmittel eine Süßware, eine Füllung für Süßwaren, eine Weichkaramelle, eine Hartkaramelle, ein Fondant, ein Joghurt, ein Gebäck, ein Kaugummi, eine Eiscreme, Milch, ein Milchprodukt, ein Getränk, Fruchtsaft, ein Fruchtsaftkonzentrat, eine Fruchtzubereitung, eine Marmelade, ein Gelee oder ein Smoothie.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter dem Begriff „Isomalt“ oder „hydrierte Isomaltulose“ bevorzugt ein Gemisch bestehend aus oder umfassend 1,1-GPM und 1,6-GPS verstanden, insbesondere ein Gemisch bestehend aus oder umfassend 35 bis 61 Gew.-% 1,1-GPM und 65 bis 39 Gew.-% 1,6-GPS, insbesondere ein äquimolares oder nahezu äquimolares Gemisch bestehend aus oder umfassend 1,1-GPM und 1,6-GPS. Unter Isomalt können demgemäß auch Gemische bestehend aus oder umfassend 1,1-GPM und 1,6-GPS verstanden werden, die kein äquimolares Verhältnis von 1,1-GPM zu 1,6-GPS aufweisen, sondern in denen ein höherer 1,1-GPM- als 1,6-GPS-Gehalt oder ein höherer 1,6-GPS- als 1,1-GPM-Gehalt vorliegt.

In besonders bevorzugter Ausführungsform weist das Isomalt neben den beiden Komponenten 1,1-GPM und 1,6-GPS keine weiteren Komponenten auf.

In besonders bevorzugter Ausführungsform weist das Isomalt neben den beiden Komponenten 1,1-GPM und 1,6-GPS zusätzlich eine oder mehrere weitere Komponenten auf, beispielsweise Mannit, Sorbit, Saccharose, 1,1-GPS (1-O-α-D-Glucopyranosyl-D-sorbit), Glycosylglycitole, Desoxy-Disaccharidalkohole, GPI (Glucopyranosyl-idit), Isomaltose, Isomaltulose, Isomelezitose, hydrierte oder nicht-hydrierte Oligosaccharide, insbesondere hydrierte oder nicht-hydrierte Trisaccharide, oder/und andere Stoffe.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter einer erfindungsgemäß erhaltenen 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzung bevorzugt ein 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereichertes Isomalt verstanden, also im Fall von einer 1,1-GPM-angereicherten Isomalt-Zusammensetzung eine Zusammensetzung, in der ein höherer 1,1-GPM- als 1,6-GPS-Gehalt vorhanden ist, und im Fall einer 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzung eine Zusammensetzung, in der ein höherer 1,6-GPS- als 1,1-GPM-Gehalt enthalten ist.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter einer erfindungsgemäß erhaltenen 1,1-GPM-angereicherten Phase oder einer erfindungsgemäß erhaltenen 1,1-GPM-angereicherten Isomalt-Zusammensetzung, insbesondere eine Phase oder ein Gemisch verstanden, in der oder in dem mindestens 57 Gew.-% 1,1-GPM, bevorzugt mindestens 60, insbesondere mindestens 70, insbesondere mindestens 80, insbesondere mindestens 90, insbesondere mindestens 95, insbesondere mindestens 98, insbesondere mindestens 99 Gew.-% 1,1-GPM und höchstens 43 Gew.-% 1,6-GPS, insbesondere höchstens 40, insbesondere höchstens 30, insbesondere höchstens 20, insbesondere höchstens 10, insbesondere höchstens 5, insbesondere höchstens 2, insbesondere höchstens 1 Gew.-% 1,6-GPS (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz der in der Phase oder der Zusammensetzung vorhandenen Menge an 1,6-GPS und 1,1-GPM), vorliegt.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter einer erfindungsgemäß erhaltenen 1,6-GPS-angereicherten Phase oder einer erfindungsgemäß erhaltenen 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzung eine Phase oder ein Gemisch verstanden, in der oder in dem mindestens 57 Gew.-% 1,6-GPS, bevorzugt mindestens 60, insbesondere mindestens 70, insbesondere mindestens 80, insbesondere mindestens 90, insbesondere mindestens 95, insbesondere mindestens 98, insbesondere mindestens 99 Gew.-% 1,6-GPS und höchstens 43 Gew.-% 1,1-GPM, insbesondere höchstens 40, insbesondere höchstens 30, insbesondere höchstens 20, insbesondere höchstens 10, insbesondere höchstens 5, insbesondere höchstens 2, insbesondere höchstens 1 Gew.-% 1,1-GPM (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der

Trockensubstanz der in der Phase oder der Zusammensetzung vorhandenen Menge an 1,1-GPM und 1,6-GPS), vorliegt.

In einer bevorzugten Ausführungsform kann eine 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung auch eine 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Phase sein. Eine 1,1-GPM-angereicherte Phase und eine 1,1-GPM-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung, die erfindungsgemäß erhalten wurde, insbesondere gemäß Verfahrensschritt e), weist einen höheren 1,1-GPM-Gehalt auf als die für ihre erfindungsgemäße Herstellung verwendete Isomalt-haltige Lösung, insbesondere gemäß Verfahrensschritt a). Eine 1,6-GPS-angereicherte Phase und eine 1,6-GPS-angereicherte Zusammensetzung, die erfindungsgemäß erhalten wurde, insbesondere gemäß Verfahrensschritt e), weist einen höheren 1,6-GPS-Gehalt auf als die für ihre erfindungsgemäße Herstellung verwendete Isomalt-Lösung, insbesondere gemäß Verfahrensschritt a).

In bevorzugter Weise ist der gegenüber der Isomalt-haltigen Lösung erhöhte 1,1-GPM-Gehalt in der 1,1-GPM-angereicherten Phase oder Zusammensetzung um mindestens 5, mindestens 10, mindestens 15, mindestens 20, mindestens 30, mindestens 40, mindestens 50, mindestens 60, mindestens 70, mindestens 80, mindestens 90, mindestens 100, mindestens 150 und insbesondere mindestens 200 Gew.-% (jeweils bezogen auf den 1,1-GPM-Gehalt in der Isomalt-Lösung bereitgestellt gemäß Verfahrensschritt a)) erhöht.

In bevorzugter Weise ist der gegenüber der Isomalt-haltigen Lösung erhöhte 1,6-GPS-Gehalt in der 1,6-GPS-angereicherten Phase oder Zusammensetzung um mindestens 5, mindestens 10, mindestens 15, mindestens 20, mindestens 30, mindestens 40, mindestens 50, mindestens 60, mindestens 70, mindestens 80, mindestens 90, mindestens 100, mindestens 150 und insbesondere mindestens 200 Gew.-% (jeweils bezogen auf den 1,6-GPS-Gehalt in der Isomalt-Lösung bereitgestellt gemäß Verfahrensschritt a)) erhöht.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung versteht man unter dem Begriff „Nukleation“ eine Kristallkeimbildung, also den ersten Teilprozess, der einen Phasenübergang erster Ordnung einleitet. Durch die Kristallkeimbildung wird eine neue, bei den vorgegebenen Bedingungen thermodynamisch stabile Phase, durch Keime aus einer bereits vorliegenden, metastabilen Phase, bevorzugt einer übersättigten Phase, ausgebildet.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung versteht man unter dem Begriff „übersättigte Lösung“ oder „übersättigte Phase“ einen metastabilen Zustand einer Lösung, die eine größere Menge von einem gelösten Stoff enthält, als der Löslichkeit des betreffenden Stoffs bei einer bestimmten Temperatur entspricht. Eine derartige übersättigte Lösung bildet sich bevorzugt durch langsames Abkühlen einer gesättigten Lösung, durch Verdampfung eines Teils des Lösungsmittels oder durch eine Kombination aus Abkühlen der gesättigten Lösung und Verdampfung eines Teils des Lösungsmittels, bevor der Überschuss des gelösten Stoffes ausfällt, insbesondere kristallisiert.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung versteht man unter dem Begriff „Flash-Verdampfung“ eine Entspannungsverdampfung, also das Entstehen von Dampf bei Absenken des Drucks in einem mit Flüssigkeit befüllten Reaktor. Die Flash-Verdampfung erzeugt eine Zunahme an Übersättigung der Isomalt-haltigen Lösung, die in Kombination mit den auf die Lösung einwirkenden Scherkräften zur Nukleation führt. In einem Flash-Verdampfer entsteht bei Absenken des Drucks in einem mit Flüssigkeit befüllten Reaktor Dampf, insbesondere da die Flüssigkeit bei der Flash-Verdampfung überhitzt in den Reaktor eintritt. Der so induzierte Energieübergang führt zu einem Abkühlen der Lösung, insbesondere der übersättigten Lösung, bei gleichzeitiger Erhöhung des Trockensubstanzgehalts, wodurch eine Nukleation erfolgt. Zur Flash-Verdampfung kommt es in einem Reaktor, der mit gesättigter oder übersättigter Flüssigkeit und zugehöriger Dampfphase befüllt ist, wenn der Druck abgesenkt wird.

Erfindungsgemäß bevorzugt kann die Flash-Verdampfung kontinuierlich oder diskontinuierlich durchgeführt werden. Bei einer erfindungsgemäß bevorzugt durchgeführten kontinuierlichen Flash-Verdampfung wird dem Reaktor kontinuierlich eine Isomalt-haltige Lösung zugeführt bei gleichzeitigem Abführen der, durch Flash-Verdampfung erhaltenen, erfindungsgemäßen Kristall-Sirup-Suspension.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung versteht man unter dem Begriff „isotherme Kristallisation“ das Auskristallisieren einer Lösung oder Suspension, die solange bei einer konstanten Kristallisationstemperatur gehalten wird, bis die Kristallisation abgeschlossen ist oder bis eine bestimmte Menge einer Komponente, insbesondere einer mit 1,1-GPM-angereicherten kristallinen Phase oder einer mit 1,6-GPS-angereicherten kristallinen Phase, aus der Lösung oder Suspension auskristallisiert ist.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter einer 1,1-GPM-angereicherten oder einer 1,6-GPS-angereicherten Phase jeweils eine 1,1-GPM-angereicherte oder 1,6-GPS-

angereichte Isomalt-Zusammensetzung gleichartiger physikalischer und chemischer Eigenschaften verstanden, beispielsweise eine flüssige oder kristalline Phase. Eine derartige Phase weist demgemäß zumindest jeweils eine 1,1-GPM-angereicherte oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung, gegebenenfalls zusammen mit einem oder mehreren Lösungsmitteln auf.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung versteht man unter einem „Mehrfach-Effekt-Verdampfer“ (Multiple-Effect-Evaporator) einen Verdampfer, in dem eine Lösung oder Suspension in mehreren Stufen bei niedrigen Temperaturen kristallisiert wird. In einem Mehrfach-Effekt-Verdampfer wird eine Lösung in mehreren aneinander gereihten Stufen zum Sieden gebracht, wobei jeder der aufeinander folgenden Reaktoren einen niedrigeren Druck aufweist als der vorherige. Durch den niedriger werdenden Druck in der Reihe der aneinander geschalteten Reaktoren nimmt der Siedepunkt des Lösungsmittels in der Reihe der aneinander geschalteten Reaktoren sukzessive ab.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung versteht man unter dem Begriff „Kühlungskristallisation“ das Auskristallisieren eines Stoffes aus einer Lösung oder Suspension durch Absenken der Temperatur bis die Kristallisation abgeschlossen ist oder bis eine bestimmte Menge einer Komponente, insbesondere einer mit 1,1-GPM angereicherten kristallinen Phase oder einer mit 1,6-GPS angereicherten kristallinen Phase, aus der Lösung oder Suspension auskristallisiert ist.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung versteht man unter dem Begriff „mehrstufige Verdampfungskristallisation“ die Anreicherung einer kristallinen Phase durch Kristallisation in mehreren Reaktoren mit jeweils unterschiedlichen Druckstufen und/oder Temperaturen.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter einer „Phase“ ein zusammenhängender oder nicht zusammenhängender räumlicher Anteil der Suspension verstanden, in dem homogene im Wesentlichen gleiche Materialeigenschaften vorliegen. Eine flüssige Phase ist daher der Anteil der Suspension, der sich durch seinen flüssigen Aggregatzustand auszeichnet. Eine kristalline Phase ist der Anteil der Suspension, der sich durch seinen kristallinen und somit festen Aggregatzustand auszeichnet.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter einer „kristallinen Phase“ beziehungsweise einer „flüssigen Phase“ eine Phase verstanden, die sich im Verlauf der Verfahrensweise gemäß Verfahrensschritte b) und c) ausbildet.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter einem „verringerten oder abgesenkten“ absoluten Druck ein absoluter Druck verstanden, der gegenüber dem absoluten Umgebungsdruck, insbesondere dem atmosphärischen Druck von 1 bar verringert ist.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung addieren, soweit nicht anders angegeben und/oder erkenntlich, die für eine Zusammensetzung von Komponenten angegebenen prozentualen Anteile einzelner Komponenten auf 100 Gew.-%, das heißt, die Gesamtzusammensetzung, auf.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter dem Begriff „und/oder“ verstanden, dass alle Mitglieder einer Gruppe, welche durch den Begriff „und/oder“ verbunden sind, sowohl untereinander kumulativ in einer beliebigen Kombination, als auch alternativ zueinander dargestellt sind. Exemplarisch ist für den Ausdruck „A, B und/oder C“, folgender Offenbarungsgehalt darunter zu verstehen: i) (A oder B oder C), oder ii) (A und B), oder iii) (A und C), oder iv) (B und C), oder v) (A und B und C).

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter „Scherung“ eine mechanische Agitation, das heißt vorzugsweise eine Bewegung, insbesondere ein Rühren, verstanden.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter „Rührwerk“ insbesondere ein Rotor-Stator-System verstanden.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter „Rotor-Stator-System“ insbesondere ein Homogenisator verstanden.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter „Rotor“ der sich drehende Teil eines Homogenisators, insbesondere bei vorhandenem Stator, verstanden.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter „Stator“ der unbewegliche Teil eines Homogenisators, insbesondere bei vorhandenem Rotor, verstanden.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung ist der Rotor ein Propellerrührer, der im Stator, einem Zentralrohr, vorliegt und in dem Zentralrohr rotieren kann.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter „einem Rotorblatt mit Rechteckform“ ein Rotorblatt verstanden, das eine konstante Blatttiefe aufweist.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter „einem Rotorblatt mit Trapezform“ ein Rotorblatt verstanden, das eine über die Länge abnehmende Blatttiefe aufweist.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter „einem Rotorblatt mit Doppeltrapezform“ ein Rotorblatt verstanden, das eine über die Länge zu- und dann abnehmende Blatttiefe aufweist.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter „einem Rotorblatt mit Rechtecktrapezform“ ein Rotorblatt verstanden, das eine über die Länge konstante, dann abnehmende Blatttiefe aufweist.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter „Kristall“ ein Festkörper mit regelmäßig in einer Kristallstruktur angeordneten Bausteinen, insbesondere Molekülen, verstanden.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter „Reaktor“ ein Behältnis, insbesondere Behälter, insbesondere Reifebehälter verstanden, in dem besonders bevorzugt Verfahrensschritt b) und/oder Verfahrensschritt c) durchgeführt wird.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter „Verdampfung“ der Übergang einer Flüssigkeit oder eines Flüssigkeitsgemisches in den gasförmigen Aggregatszustand verstanden.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter „Umkehrosmose“ das umgekehrte Prinzip der Osmose verstanden, wobei Osmose den Prozess des Konzentrationsausgleichs zweier Flüssigkeiten durch eine halbdurchlässige Membran beschreibt. Die Umkehrosmose findet besonders bevorzugt bei gegenüber Atmosphärendruck erhöhtem Druck statt. Dadurch bleibt der gelöste Stoff, insbesondere Isomalt, in der Ausgangslösung oder -suspension zurück und das Lösungsmittel, insbesondere Wasser wird durch die lösungsmitteldurchlässige, insbesondere wasserdurchlässige Membran abgeführt.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter „Animpfen“ die Zugabe von Impfkristallen zu der anzuimpfenden Lösung oder Suspension verstanden.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird unter „Flügelspitzengeschwindigkeit“ auch Rotorblattspitzengeschwindigkeit verstanden, die an der Spitze, also dem äußeren Ende des Rotorblatts, gemessen wird.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung wird das Längen-zu-Breiten-Verhältnis von Kristallen gemäß der in Beispiel 2 beschriebenen Methodik bestimmt.

Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung ergeben sich aus den Unteransprüchen.

Die Erfindung wird anhand von Ausführungs- und Vergleichsbeispielen und dazugehöriger Figuren näher erläutert.

Die Figuren zeigen:

Figur 1: Löslichkeitsdiagramm nach Schiweck (H. Schiweck, alimenta 19, Palatinit® - Herstellung, technologische Eigenschaften und Analytik palatinithaltiger Lebensmittel, 5-16, 1980) für 1,1-GPM (GPM, 3), 1,6-GPS (GPS, 2) und Isomalt (Isomalt, 1) in Wasser, in dem die Löslichkeitsgrenzen vorstehend genannter Komponenten in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt sind,

Figur 2A bis 2D: Mikroskopische Aufnahmen von Kristallisationsprodukten aus Beispiel 2.1 (Vergrößerung x4),

Figur 3A bis 3D: Mikroskopische Aufnahmen von Kristallisationsprodukten aus Beispiel 2.1 (Vergrößerung x10),

Figur 4A bis 4D: Mikroskopische Aufnahmen von Kristallisationsprodukten aus Beispiel 2.2 (Vergrößerung x10 und x20),

Figur 5A bis 5F: Mikroskopische Aufnahmen von Kristallisationsprodukten aus Beispiel 2.3 (Vergrößerung x4 und x10),

Figur 6A bis 6F: Mikroskopische Aufnahmen von Kristallisationsprodukten aus Beispiel 2.4 (Vergrößerung x4 und x10),

Beispiel 1:

Auftrennung von Isomalt (hydrierter Isomaltulose) in 1,1-GPM- und 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzungen mittels Flash-Verdampfung in Verfahrensschritt b) und anschließender isothermer Kristallisation in Verfahrensschritt c).

Die beiden Hauptbestandteile von Isomalt, das heißt 1,1-GPM und 1,6-GPS, besitzen unterschiedliche Löslichkeitsprodukte in wässrigen Lösungen (Figur 1). In Suspension bildet jede Komponente ihr eigenes Löslichkeitsgleichgewicht aus. Es kommt zu einer Anreicherung der leichter kristallisierenden, beziehungsweise schlechten löslichen, Komponente 1,1-GPM im Feststoffanteil der Suspension (kristalline Phase), da die schwerer kristallisierende, beziehungsweise besser lösliche, Komponente 1,6-GPS bevorzugt in Lösung geht beziehungsweise in Lösung verbleibt. Die sich ausbildenden Gleichgewichte sind bei gleicher Konzentration der Suspension an Isomalt in Wasser temperaturabhängig. Bei gleicher Temperatur nimmt der 1,6-GPS-Anteil in der Lösung mit steigendem Anteil an Trockensubstanz (TS) der Suspension zu. Das Löslichkeitsdiagramm von 1,1-GPM, 1,6-GPS und Isomalt (Figur) zeigt eine stetige Zunahme der Löslichkeit der einzelnen Komponenten bei steigender Temperatur. Diese Beobachtung macht sich die vorliegende Erfindung zunutze. Ein durch übliche Prozessschritte gewonnene Isomalt-haltige Lösung wird in einem Verfahrensschritt a1) thermisch auf einen Trockensubstanzgehalt von 70 bis 85 Gew.-% eingedickt. Die so erhaltene und in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung (Isomalt-Gehalt 70 bis 85 Gew.-% bezogen auf Gesamtgewicht der Lösung) mit einem Gehalt an 1,1-GPM von 35 bis 44 Gew.-%, nämlich 40,7 Gew.-%, und einem Gehalt an 1,6-GPS von 56 bis 65 Gew.-%, nämlich 58,4 Gew.-%, 0,01 bis 2 Gew.-% GPI, 0,01 bis 2 Gew.-% Glycosylglycitole, 0,01 bis 0,4 Gew.-% Sorbit, 0,001 bis 2 Gew.-% Desoxy-Disaccharidalkohole, 0,1 bis 10 Gew.% 1,1-GPS und/oder 0,01 bis 0,3 Gew.-% Mannit (jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz der Isomalt-haltigen Lösung) wird anschließend auf eine Temperatur von 60 bis 75 °C gebracht und anschließend gemäß Verfahrensschritt b) des erfindungsgemäßen Verfahrens einer Kristallkeimbildung im sogenannten Nukleator einer Flash-Verdampfung unterzogen. Nach Einstellung der Temperatur der Isomalt-haltigen Lösung auf 60 bis 75 °C wird die Flash-Verdampfung mit einem absoluten Druck von 50 bis 200 mbar, insbesondere 90 bis 100 mbar, und einer Temperatur von 50 bis 55 °C betrieben. Durch den verringerten absoluten Druck erhöht sich der Dampfdruck und die induzierte Energieabfuhr führt dazu, dass das im Vergleich zu 1,6-GPS in Wasser weniger gut lösliche 1,1-GPM (siehe Löslichkeit nach Schiweck, Figur 1) entsprechend seinem thermodynamischen Löslichkeitsprodukt in eine kristalline erste Phase übergeht (initial

etwa 5 % des in der Ausgangslösung befindlichen 1,1-GPM). Durch die im Reaktor verwendete Rührwerksgeometrie und die so kontinuierlich erzeugten Scherkräfte werden fortlaufend weitere 1,1-GPM-angereicherte Kristallkeime gebildet.

Nach einer Verweilzeit von bis zu 5 h sind etwa 25 Gew.-% des zu Beginn in der Ausgangslösung vorliegenden 1,1-GPM in die erste kristalline Phase übergegangen, wobei die nach Durchführung des Nukleationsprozesses gemäß Verfahrensschritt b) erhaltene flüssige erste Phase 31 Gew.-% 1,1-GPM und 68 Gew.-% 1,6-GPS aufweist (bezogen auf das Gesamtgewicht der sich in Lösung befindenden Trockensubstanz). Die aus Verfahrensschritt b) erhaltene erste Isomalt-haltige Suspension, umfassend durch Verfahrensschritt b) erhaltene 1,1-GPM-angereicherte Kristallkeime, wird kontinuierlich einem Kristallisationsprozess gemäß Verfahrensschritt c), durchgeführt in einem temperaturgesteuerten Kristallisator, unterzogen. Hierbei wachsen unter isothermen Bedingungen in einem Temperaturbereich von 50 bis 60 °C, insbesondere 56 °C, die mit 1,1-GPM angereicherten Kristallkeime solange weiter zu Kristallen, bis sich die Restübersättigung weitestgehend abgebaut hat. Der Erhalt isothermer Bedingungen wird durch die kontinuierliche Abfuhr der freiwerdenden Kristallisationsenergie gewährleistet. Durch langsames schrittweises Absenken der Temperatur des Reifebehälters (Kristallisators) (höchstens 0,5 K/h, insbesondere höchstens 0,1 K/h) auf 55 °C wird die Ausbeute an mit 1,1-GPM-angereicherten Kristallen zusätzlich erhöht, ohne dabei die Reinheit dieser Kristalle negativ zu beeinflussen. Die so erhaltene zweite Suspension kann mittels geeigneter Trenntechniken gemäß Verfahrensschritt d) (beispielsweise Zentrifugieren) aufgearbeitet werden, wobei die so erhaltene zweite kristalline Phase 69,9 Gew.-% 1,1-GPM und 29,8 Gew.-% 1,6-GPS (bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz der zweiten kristallinen Phase) und die abgetrennte zweite flüssige Phase 20,2 Gew.-% 1,1-GPM und 78,6 Gew.-% 1,6-GPS (bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz der zweiten flüssigen Phase) enthält.

Beispiel 2

Im folgenden Beispiel wird das erfindungsgemäße Verfahren (Beispiel 2.1) mit bekannten Kristallisationsverfahren (Beispiele 2.2 bis 2.4) verglichen.

Die Versuche wurden in einem 2-Liter-Kühlungskristallisator durchgeführt. Dieser ist mit einem Rührwerk und einem Doppelmantel zur Heizung mittels eines Thermostates ausgestattet. Die Trennung von Kristallmagmen fand in einer beheizten Drucknutsche oder in einer Technikumszentrifuge statt. Zur Bilddokumentation der Kristalle in den Kristallsuspensionen wurde ein Mikroskop verwendet. Zur Bildanalyse wurde die Software Olympus Stream Motion verwendet.

Die bei den Versuchen erhaltenen angereicherten Phasen wurden wie folgt analysiert:

- Analyse des Wassergehalts des Filterkuchens (zweite kristalline Phase) mittels Karl-Fischer-Verfahren
- Analyse des Wassergehalts des Filtrats (zweite flüssige Phase) mittels Refraktometrie
- Analyse des 1,1-GPM-Gehalt und 1,6-GPS-Gehalt über HPLC
- Analyse des Längen-zu-Breiten-Verhältnisses:

Mittels einer Kamera (Olympus UC 90) und der dazugehörigen Software von Olympus sowie eines Mikroskops von Zeiss (Carl Zeiss Axiolab re) wurden mikroskopische Kristallbilder von der Glycerin-dispergierten zweiten Isomalt-haltigen Suspension (Magma) mit Vergrößerung 4x und 10x aufgenommen. Mindestens zwanzig mittels eines Zufallsgenerators ausgewählte Einzelkristalle pro Kristallbild wurden mithilfe der Bildanalyse-Software Olympus Stream Motion (maximale charakteristische Kristalllänge und dazu im 90 °-Winkel die maximale charakteristische Kristallbreite) hinsichtlich der Kristalllänge und Kristallbreite ausgemessen und rechnerisch das Verhältnis von ausgemessener Länge zu ausgemessener Breite bestimmt sowie daraus der Mittelwert beziehungsweise der Median bestimmt. Bevorzugt wird als Zufallsgenerator eine durch das mikroskopische Kristallfoto (Kristallbild) gelegte diagonale Linie eingesetzt und alle auf dieser diagonalen Linie eine eindeutige Abgrenzung und Bestimmung der Kristalllänge und -breite zulassenden Kristalle für die Bestimmung des Längen-zu-Breiten-Verhältnisses verwendet, wobei auf der Linie mindestens zwanzig Kristalle zu erkennen sein müssen. Anderenfalls wurde eine andere mikroskopische Aufnahme erstellt und verwendet.

In der folgenden Tabelle 1 sind die 1,1-GPM- und 1,6-GPS-Gehalte der in diesem Beispiel eingesetzten Isomalt-Lösungen in Bezug auf TS (Trockensubstanz) und Gesamtmasse der Isomalt-Lösung) angegeben.

	1,1-GPM-Gehalt in g/100gTS	**1,6-GPS-Gehalt in g/100gTS**	**1,1-GPM-Gehalt in g/100g**	**1,6-GPS-Gehalt in g/100g**
Beispiel 2-1	40,40	57,39	31,4	44,6
Beispiel 2-2	46,08	51,39	22,6	25,2
Beispiel 2-3	46,63	51,00	36,2	39,6
Beispiel 2-4	46,66	51,30	36,2	39,8

Tabelle 1: Analyse der Ausgangs-Isomalt-Lösungen

Beispiel 2.1 (erfindungsgemäß):

Eine entsprechend der Lehre nach Beispiel 1 erhaltene zweite Suspension (Magma) wird dem Kristallisator vor dem Zentrifugieren gemäß Verfahrensschritt d) teilweise entnommen, in Glycerin verdünnt und Kristallbilder werden aufgenommen. Weiter wird eine Trennung gemäß Verfahrensschritt d) der festen von der flüssigen Phase in einer Zentrifuge bei einer Drehzahl von 1800 Umdrehungen pro Minuten für 30 Minuten durchgeführt:

Die Figuren 2A bis 2D zeigen Kristallbilder des erhaltenen Magmas, dispergiert in Glycerin, Vergrößerung x4, und die Figuren 3A bis 3D zeigen Kristallbilder des erhaltenen Magmas, dispergiert in Glycerin, Vergrößerung x10.

Das Längen-zu-Breiten-Verhältnis der im Magma und in der in Verfahrensschritt d) erhaltenen zweiten kristallinen Phase erhaltenen Kristalle betrug 8,0 (Mittelwert) und 7,8 (Median).

Aus nachstehender Tabelle 2 ist die Zusammensetzung der nach Trennung erhaltenen Phasen (Filterkuchen ist die feste kristalline Phase, Filtrat ist die flüssige Phase) zu erkennen.

	Filterkuchen	Filtrat
Wassergehalt in g/100g	16,1	25,9
1,1-GPM-Gehalt in g/100g	55,2	15,3
1,6-GPS-Gehalt in g/100g	29,4	56,8
Verhältnis 1,1-GPM zu 1,6-GPS in g/g	1,88	0,27
1,1-GPM-Gehalt in g/100gTS	65,8	20,6
1,6-GPS-Gehalt in g/100gTS	35,0	76,6

Tabelle 2: Analyse der angereicherten Phasen, jeweils bezogen auf Gesamtmasse

Die erhaltenen Kristalle in der festen Phase sind besonders rein und zeigen eine hohe Gleichmäßigkeit in Form und Größe auf. Die Kristallsuspension nach Abschluss der Kristallisation zeigt im Kristallbild keine Feinkornbildung. Das Längen-zu-Breiten-Verhältnis der in der in Verfahrensschritt d) erhaltenen zweiten kristallinen Phase enthaltenen Kristalle ist vergleichsweise klein. Die Abtrennung der erhaltenen zweiten kristallinen Phase mittels Zentrifugation erfolgte ohne Probleme in sehr zufriedenstellender Weise, was sich insbesondere in der Anreicherung von 1,1-GPM in der kristallinen Phase nach der Zentrifugation zeigt. Das 1,6-GPS-angereicherte Filtrat, also die 1,6-GPS-angereicherte zweite flüssige Phase, drainiert sehr gut aus dem Filterkuchen heraus. In der erhaltenen zweiten kristallinen Phase wird erfindungsgemäß eine Anreicherung von 1,1-GPM und eine Abreicherung von 1,6-GPS gefunden, während gleichermaßen in der erhaltenen zweiten flüssigen 1,6-GPS-angereicherten Phase eine Anreicherung von 1,6-GPS und eine Abreicherung von 1,1-GPM jeweils gegenüber der Ausgangszusammensetzung festgestellt wird.

Beispiel 2.2 (nicht erfindungsgemäß):

WO 1997/008958 A1 offenbart Verfahren zur Herstellung von 1,6-GPS-angereicherten und 1,1-GPM-angereicherten Gemischen. Beispiel 2 dieses Dokumentes offenbart die Herstellung 1,1-GPM und 1,6-GPS angereicherter 1,1-GPM/1,6-GPS Gemische, wobei Isomalt^{R} zu 5 kg Wasser (vollentsalzt) gegeben und die erhaltene Suspension bei 35 °C je nach Korngröße 1 - 20 Stunden gerührt wird. Anschließend wird diese Suspension bei 35 °C in eine flüssige Phase und feste Phase in einer beheizten Drucknutsche getrennt.

Versuchsdurchführung:

1. Einschalten des Thermostats zur Beheizung des 2-Liter-Kristallisator Einstellung der Vorlauftemperatur auf 35,3 °C. Temperierung über internen Temperatursensor des Thermostats
2. Zugabe von 999,79 g VE-Wasser in den 2-Liter-Kristallisator
3. Einschalten des Rührers und Einstellung der Drehzahl auf 60 Umdrehungen pro Minute
4. Vorheizen des Wassers auf 35 °C
5. Zugabe von 999,96 g Isomalt ST-M in den 2-Liter-Kristallisator
6. 19,5 Stunden nach Zugabe des Isomalts: Vorheizen der Doppelmantel-Drucknutsche auf 35 °C über Thermostat
7. 20 Stunden nach Zugabe des Isomalts: Entnahme der erhaltenen Kristallsuspension (Magma) aus dem Kristallisator
8. Herstellung einer Verdünnung eines Teils des Magmas mit VE-Wasser (eins zu eins) zur Analyse
9. Eindispergieren eines Teils des Magmas in Glycerin zur Aufnahme von Kristallbildern in der Suspension
10. Überführen von 200 ml Magma in die vorgeheizte Drucknutsche und Abtrennung von Kristall und Mutterlösung. Als Filter wird ein Filtervlies aus Polyethylen der Firma Porvair Sciences Typ Vyon D mit einer Maschenweite von 15-25 µm verwendet
11. Verdünnung des aufgefangenen Filtrats mit VE-Wasser (eins zu eins) zur Analyse
12. Entnahme von Kristallen aus der Drucknutsche zur Analyse

Versuchsergebnisse:

Gemäß Beispiel 2 der WO 1997/008958 A1 wird als Ausgangsmaterial für die angestrebten Anreicherungen und anschließende Auftrennung der angereicherten festen und flüssigen Phase keine Isomalt-haltige Lösung, sondern eine Suspension von Isomalt in Wasser eingesetzt. Es findet daher im Rahmen dieses Verfahrens während der cirka 20-stündigen Inkubation bei 35 °C keine Kristallisation von Isomalt-Komponenten aus einer Lösung statt, sondern findet lediglich ein teilweises Anlösen und Auflösen von ungelösten Isomalt-Komponenten aus der festen Phase der Suspension in die flüssige Phase und umgekehrt statt.

Die Figuren 4A und 4B zeigen Bilder des erhaltenen Magmas, dispergiert in Glycerin, Vergrößerung x10, und Figuren 4C und 4D zeigen Bilder des erhaltenen Magmas, dispergiert in Glycerin, Vergrößerung x20.

Trotz der gewählten hochauflösenden Vergrößerung sind keine Einzelkristalle zu erkennen, sondern lediglich teilangelöste, Flocken-artige Partikel, die auf die teil-amorph erstarrte Struktur der in der Ausgangssuspension eingesetzten Isomalt-Partikel zurückzuführen ist, welches Konglomerate aus kleinen Kristalliten von 1,1-GPM und 1,6-GPS darstellen. Diese entstammen nicht einem Kristallisationsprozess, sondern einem Trocknungsprozess und zeigen demzufolge keine in einer klassischen Kristallisation zu erwartenden Kristallformen. Das in diesem Vergleichsbeispiel realisierte Prinzip der Anreicherung basiert auf einem Auslösen der besser löslichen 1,6-GPS-Komponente aus einem 1,1-GPM- und 1,6-GPS-haltigen Feststoff und entspricht damit nicht einer erfindungsgemäßen Anreicherung durch Kristallisation aus einer 1,1-GPM und 1,6-GPS-haltigen Lösung.

Aus nachstehender Tabelle 3 sind die 1,1-GPM- und 1,6-GPS-Gehalte der nach Trennung erhaltenen Phasen zu erkennen.

	Filterkuchen	**Filtrat**
Wassergehalt in g/100g	21,2	55,4
1,1-GPM-Gehalt in g/100g	69,0	15,1
1,6-GPS-Gehalt in g/100g	9,6	28,0
Verhältnis 1,1-GPM zu 1,6-GPS in g/g	7,22	0,54
1,1-GPM-Gehalt in g/100gTS	87,6	33,9
1,6-GPS-Gehalt in g/100gTS	12,1	62,8

Tabelle 3: Analyse der angereicherten Phasen (Filterkuchen ist die feste kristalline Phase, Filtrat ist die flüssige Phase), jeweils bezogen auf Gesamtmasse

Beispiel 2.3 (nicht erfindungsgemäß):

EP 0859 006 B2 offenbart Verfahren zur Herstellung von 1,6-GPS-angereicherten und 1,1-GPM-angereicherten Gemischen. Beispiel 1 dieses Dokumentes offenbart die Herstellung 1,1-GPM und 1,6-GPS angereicherter 1,1-GPM/1,6-GPS Gemische unter Einsatz eines Impfschrittes und von zwei verschiedenen Kühlraten während der Kristallisation.

Versuchsdurchführung:

1. Einschalten des Thermostats zur Beheizung des 2-Liter-Kristallisator und Einstellung der Vorlauftemperatur auf 85 °C
2. Zugabe von 649,91 g VE-Wasser in den 2-Liter-Kristallisator
3. Einschalten des Rührers und Einstellung der Drehzahl auf 100 Umdrehungen pro Minute
4. Erwärmen des Wassers auf 85 °C
5. Zugabe von 2453,2 g Isomalt ST-F in den 2-Liter-Kristallisator
6. Starten des Kühlprogramms
    a. 85 °C halten für 2 Stunden – Temperierung über externes PT100 im Kristallisator – Rührerdrehzahl 100 Umdrehungen pro Minute
    b. 85 °C auf 65 °C Kühlen über 2 Stunden – Temperierung über internes PT100 im Thermostat – Rührerdrehzahl 60 Umdrehungen pro Minute
    c. 65 °C auf 37 °C Kühlen über 23,3 Stunden – Temperierung über internes PT100 im Thermostat – Rührerdrehzahl 60 Umdrehungen pro Minute
7. Nach Erreichen von 62 °C: Zugabe von 0,5 g Isomalt ST-PF in 4,95 g Isopropanol über eine Spritze in die Lösung
8. Nach Erreichen von 37 °C: Entnahme des Magmas aus dem Kristallisator
9. Herstellung einer Verdünnung eines Teils des Magmas mit VE-Wasser (eins zu eins) zur Analyse
10. Eindispergieren eines Teils des Magmas in Glycerin zur Aufnahme von Kristallbildern in der Suspension

11. Überführen von 604 g Magma in eine Zentrifuge und Abtrennung von Kristall und Mutterlösung. Als Sieb wird ein Filtervlies aus Polyethylen der Firma Porvair Sciences Typ Vyon D mit einer Maschenweite von 15-25 µm verwendet. Drehzahl ist 1800 Umdrehungen pro Minute. Zentrifugationszeit 30 Minuten. Keine Wasserdecke.
12. Verdünnung des aufgefangenen Ablaufs mit VE-Wasser (eins zu eins) zur Analyse
13. Entnahme der Kristalle aus der Zentrifuge

Die Trennung in der Zentrifuge konnte nicht zufriedenstellend durchgeführt werden. Die Masse an Ablauf war gering. Der Filterkuchen wies eine optisch klar zu erkennende hohe Restfeuchte auf.

Die Figuren 5A, 5B und 5C zeigen Kristallbilder, Magma, dispergiert in Glycerin, Vergrößerung x4, und Figuren 5D, 5E und 5F Kristallbilder, Magma, dispergiert in Glycerin, Vergrößerung x10.

Das Längen-zu-Breiten-Verhältnis der Kristalle im Magma 11,2 (Mittelwert) und 11,1 (Median).

Aus nachstehender Tabelle 4 sind die 1,1-GPM- und 1,6-GPS-Gehalte der nach Trennung erhaltenen Phasen zu erkennen.

	Filterkuchen	**Filtrat**
Wassergehalt in g/100g	19,0	30,2
1,1-GPM-Gehalt in g/100g	42,9	11,3
1,6-GPS-Gehalt in g/100g	35,6	56,0
Verhältnis 1,1-GPM zu 1,6-GPS in g/g	1,21	0,20
1,1-GPM-Gehalt in g/100gTS	53,0	16,3
1,6-GPS-Gehalt in g/100gTS	44,0	80,3

Tabelle 4: Analyse der angereicherten Phasen (Filterkuchen ist die feste kristalline Phase, Filtrat ist die flüssige Phase), jeweils bezogen auf Gesamtmasse

In den Kristallbildern ist deutlich erkennbar, dass in der Kristallsuspension nach Abschluss der Kristallisation eine signifikante Feinkornbildung auftritt. Das Längen-zu-Breiten-Verhältnis der Kristalle ist verhältnismäßig groß. Die Abtrennung der kristallinen Phase mittels Zentrifugation ist nicht zufriedenstellend möglich. Die Anreicherung an 1,1-GPM in der erhaltenen kristallinen Phase nach der Zentrifugation ist minimal und die Gehalte an 1,1-GPM und 1,6-GPS im Filterkuchen entsprechen in etwa der Zusammensetzung der Ausgangslösung. Das 1,6-GPS angereicherte Filtrat drainiert nur sehr schlecht aus dem Filterkuchen heraus.

Beispiel 2.4 (nicht erfindungsgemäß):

Auch US 6,414,138 B1 offenbart Verfahren zur Herstellung von 1,6-GPS-angereicherten und 1,1-GPM-angereicherten Gemischen. Beispiel 1 dieses Dokumentes offenbart die Herstellung 1,1-GPM und 1,6-GPS angereicherter 1,1-GPM/1,6-GPS Gemischeso wie in Beispiel 2.3 beschrieben, allerdings unter Einsatz von zwei verschiedenen Kühlraten während der Kristallisation ohne Impfen.

Versuchsdurchführung:

1. Einschalten des Thermostats zur Beheizung des 2-Liter-Kristallisator und Einstellung der Vorlauftemperatur auf 85 °C
2. Zugabe von 627,44 g VE-Wasser in den 2-Liter-Kristallisator
3. Einschalten des Rührers und Einstellung der Drehzahl auf 100 Umdrehungen pro Minute
4. Erwärmen des Wassers auf 85 °C
5. Zugabe von 2372,5 g Isomalt ST-F in den 2-Liter-Kristallisator
6. Starten des Kühlprogramms
    a. 85 °C halten für 2 Stunden – Temperierung über externes PT100 im Kristallisator – Rührerdrehzahl 100 Umdrehungen pro Minute
    b. 85 °C auf 65 °C Kühlen über 2 Stunden – Temperierung über internes PT100 im Thermostat – Rührerdrehzahl 60 Umdrehungen pro Minute
    c. 65 °C auf 37 °C Kühlen über 23,3 Stunden – Temperierung über internes PT100 im Thermostat – Rührerdrehzahl 60 Umdrehungen pro Minute
7. Nach Erreichen von 37 °C: Entnahme des Magmas aus dem Kristallisator
8. Herstellung einer Verdünnung eines Teils des Magmas mit VE-Wasser (eins zu eins) zur Analyse

9. Eindispergieren eines Teils des Magmas in Glycerin zur Aufnahme von Kristallbildern in der Suspension

Die Figuren 6A, 6B und 6C zeigen Kristallbilder, Magma, dispergiert in Glycerin, Vergrößerung x4 und Figuren 6D, 6E und 6F Kristallbilder, Magma, dispergiert in Glycerin, Vergrößerung x10.

Das Längen-zu-Breiten-Verhältnis der Kristalle im Magma betrug 11,3 (Mittelwert) und 10,5 (Median).

Auch in diesen Kristallbildern ist deutlich erkennbar, dass in der Kristallsuspension nach Abschluss der Kristallisation eine signifikante Feinkornbildung auftritt. Das Längen-zu-Breiten-Verhältnis der Kristalle ist verhältnismäßig groß und vergleichbar mit dem aus Beispiel 2.3.

Ansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von 1,1-GPM- und/oder von 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzungen aus einer Isomalt-haltigen Lösung, dadurch gekennzeichnet, dass

a) eine Isomalt-haltige Lösung bereitgestellt wird, wobei die Isomalt-haltige Lösung 65 bis 90 Gew.-% Isomalt aufweist (bezogen auf das Gesamtgewicht der Isomalt-haltigen Lösung);

b) die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung in einem Reaktor einer Flash-Verdampfung zur Kristallkeimbildung unter Erhalt einer eine erste kristalline Phase und eine erste flüssige Phase umfassenden ersten Isomalt-haltigen Suspension unterzogen wird;

c) die in Verfahrensschritt b) erhaltene erste Isomalt-haltige Suspension einem Kristallisationsprozess unterzogen wird, wodurch eine eine zweite kristalline Phase und eine zweite flüssige Phase umfassende zweite Isomalt-haltige Suspension erhalten wird, wobei die zweite kristalline Phase mit 1,1-GPM angereichert ist und die zweite flüssige Phase mit 1,6-GPS angereichert ist;

d) die mit 1,1-GPM-angereicherte zweite kristalline Phase der zweiten Isomalt-haltigen Suspension aus Verfahrensschritt c) von der mit 1,6-GPS-angereicherten zweiten flüssigen Phase abgetrennt wird; und

e) 1,1-GPM- und/oder 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzungen erhalten werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei während Verfahrensschritt b) eine mechanische Agitation durchgeführt wird.

3. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung 35 bis 61 Gew.-% 1,1-GPM (bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der bereitgestellten Isomalt-haltigen Lösung) aufweist.

4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung auf eine Temperatur von 50 bis 90 °C eingestellt wird.

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung 1,1-GPM, 1,6-GPS und mindestens einen Stoff aufweist ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus 1,1-GPS, weiteren Desoxy-Disaccharidalkoholen,

ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus 1,1-GPS, weiteren Desoxy-Disaccharidalkoholen, Polysacchariden, Oligosacchariden, Trisacchariden, Disacchariden, Monosacchariden, Sorbit, Mannit und Isomelezitose.

6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die in Verfahrensschritt a) bereitgestellte Isomalt-haltige Lösung in einem Verfahrensschritt a1) aus einer Isomalt-haltigen Ausgangslösung oder -suspension durch Verdampfung oder Umkehrosmose erhalten wird.

7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die für Verfahrensschritt a1) eingesetzte Isomalt-haltige Lösung durch selektive Hydrierung, insbesondere 1,6-GPS-selektive Hydrierung erhalten wird.

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der in Verfahrensschritt b) zur Flash-Verdampfung eingesetzte Reaktor ein Nukleator ist.

9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die in Verfahrensschritt b) durchgeführte Flash-Verdampfung bei einem absoluten Druck von 10 bis 500 mbar, insbesondere 50 bis 200 mbar, und einer Temperatur von 30 bis 70 °C, insbesondere 30 bis 60 °C, durchgeführt wird.

10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die in Verfahrensschritt b) durchgeführte Flash-Verdampfung über einen Zeitraum von 2 Minuten bis 12 Stunden durchgeführt wird.

11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die in Verfahrensschritt b) durchgeführte Flash-Verdampfung kontinuierlich durchgeführt wird.

12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei Verfahrensschritt b) so durchgeführt wird, dass während Verfahrensschritt b) 20 bis 30 % des in Verfahrensschritt a) vorhandenen gelösten 1,1-GPM in die erste kristalline Phase der ersten kristallinen Isomalt-haltigen Suspension übergehen (bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) von 1,1-GPM in der in Verfahrensschritt a) bereitgestellten Lösung).

13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei Verfahrensschritt b) so durchgeführt wird, dass während Verfahrensschritt b) der Trockensubstanzgehalt der in Verfahrensschritt a) bereitgestellten Isomalt-haltigen-Lösung um 1 bis 6 Gew.-% (jeweils bezogen

auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der bereitgestellten Isomalt-haltigen Lösung und der erhaltenen ersten Isomalt-haltigen Suspension) erhöht wird.

14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Kristallisationsprozess gemäß Verfahrensschritt c) in einem Kristallisator durchgeführt wird.

15. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Kristallisationsprozess gemäß Verfahrensschritt c) kontinuierlich durchgeführt wird.

16. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Kristallisationsprozess gemäß Verfahrensschritt c) eine isotherme Kristallisation ist, insbesondere bei einer Temperatur von 50 bis 60 °C.

17. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 15, wobei der Kristallisationsprozess gemäß Verfahrensschritt c) eine Kühlungskristallisation ist.

18. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 15, wobei der Kristallisationsprozess gemäß Verfahrensschritt c) eine Verdampfungskristallisation, insbesondere mehrstufige Verdampfungskristallisation ist.

19. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei während des Verfahrens, insbesondere während der isothermen Kristallisation in Verfahrensschritt c), keine Animpfung mit Saatkristallen durchgeführt wird.

20. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei nach Verfahrensschritt d) die mit 1,1-GPM-angereicherte zweite kristalline Phase getrocknet wird und in Verfahrensschritt e) eine feste 1,1-GPM-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung erhalten wird.

21. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei nach Verfahrensschritt d) die mit 1,6-GPS-angereicherte zweite flüssige Phase mindestens einmal aufkonzentriert wird, insbesondere auf mindestens 60 Gew.-% Trockensubstanzgehalt aufkonzentriert wird (bezogen auf das Gesamtgewicht der zweiten flüssigen Phase), und in Verfahrensschritt e) eine flüssige 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung erhalten wird.

22. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei nach Verfahrensschritt d) die mit 1,6-GPS-angereicherte zweite flüssige Phase getrocknet wird und in Verfahrensschritt e) eine feste 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung erhalten wird.

23. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die in Verfahrensschritt d) abgetrennte zweite kristalline Phase mindestens 60 Gew.-% 1,1-GPM aufweist (bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der kristallinen Phase).

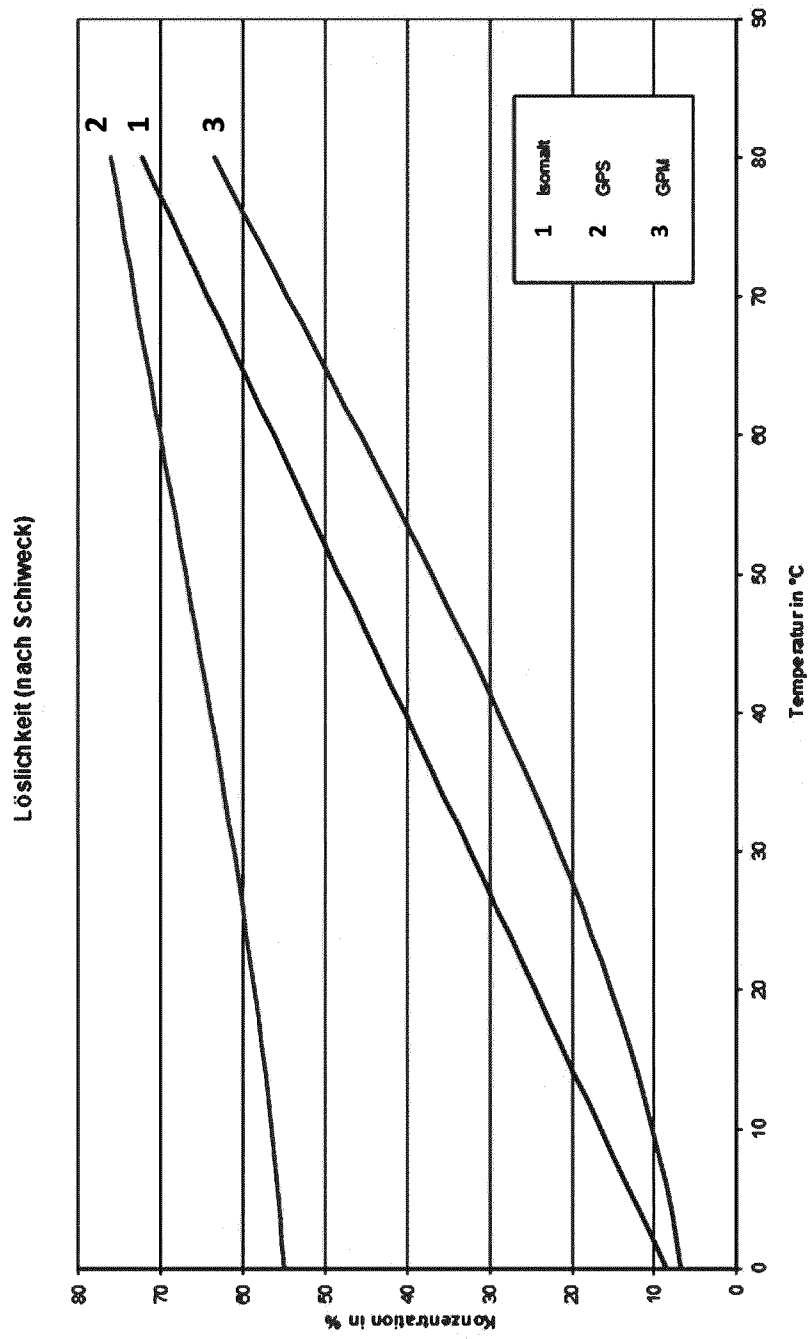
24. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die in Verfahrensschritt d) abgetrennte zweite flüssige Phase mindestens 72 Gew.-% 1,6-GPS aufweist (bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der zweiten flüssigen Phase).

25. 1,1-GPM-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung, insbesondere herstellbar nach einem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 24, wobei die 1,1-GPM-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung ein Längen-zu-Breiten-Verhältnis der in ihr enthaltenen Kristalle von 7,0 bis 10,5, insbesondere von 7,5 bis 10,0, insbesondere von 7,5 bis 9,0, insbesondere von 7,5 bis 8,5, insbesondere von 8,0 (jeweils Mittelwert) aufweist.

26. 1,6-GPS-angereicherte Isomalt-Zusammensetzung, aufweisend 15 bis 32 Gew.-% 1,1-GPM und 68 bis 85 Gew.-% 1,6-GPS (jeweils bezogen auf die Trockensubstanz der Gesamtmenge an 1,1-GPM und 1,6-GPS), insbesondere herstellbar nach einem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 24, insbesondere mit einem 1,6-GPS-Gehalt von mindestens 68 Gew.-% (bezogen auf das Gesamtgewicht der Trockensubstanz (TS) der Zusammensetzung).

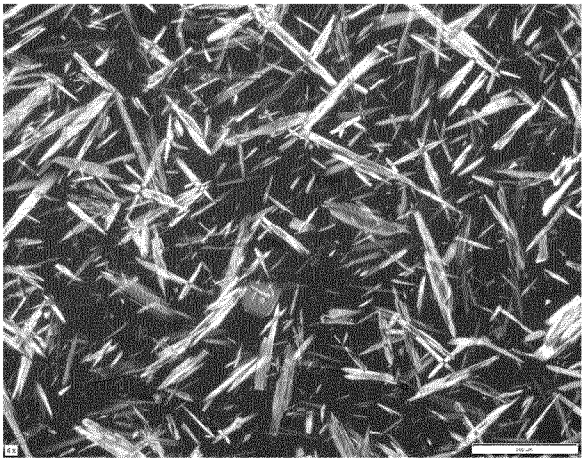
27. Verwendung einer mit einem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 24 hergestellten 1,1-GPM- oder 1,6-GPS-angereicherten Isomalt-Zusammensetzung oder einer Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 25 oder 26 in Produkten für den menschlichen und/oder tierischen Verzehr.

Figur

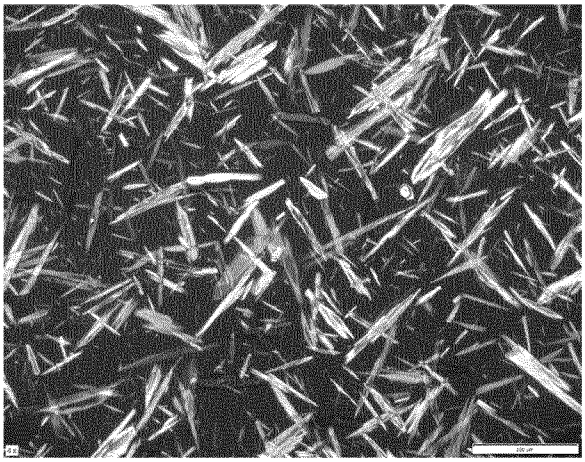

Löslichkeit (nach Schiweck)
Konzentration in %
Temperatur in °C
1 Isomalt
2 GPS
3 GPM
1
2
3
0
10
20
30
40
50
60
70
80
90

Figur 2

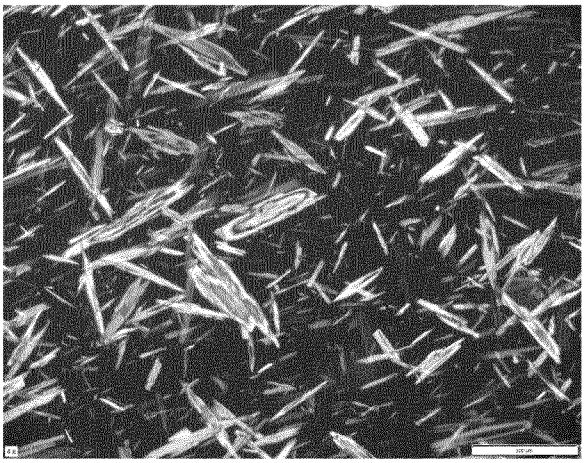
Figur 2 A



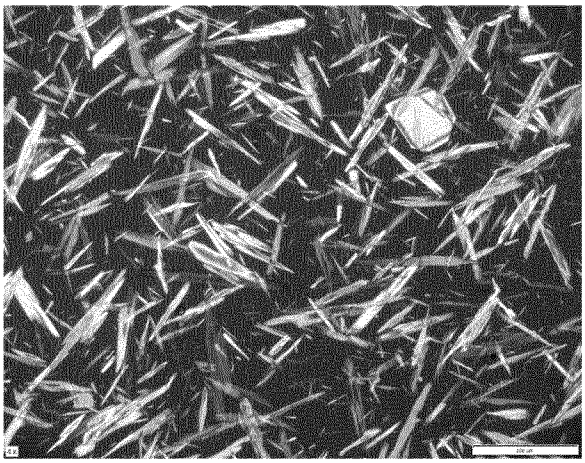
Figur 2 B



Figur 2 C

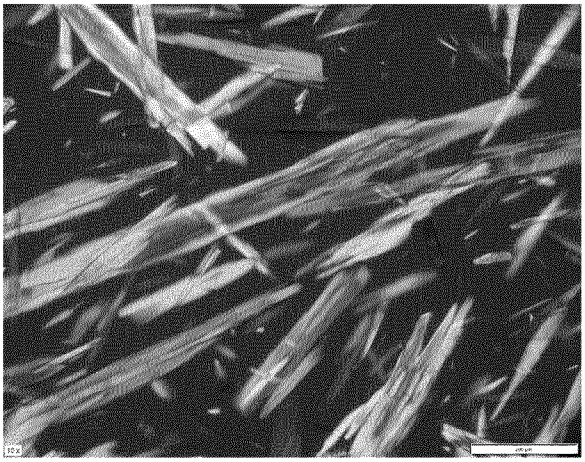


Figur 2 D

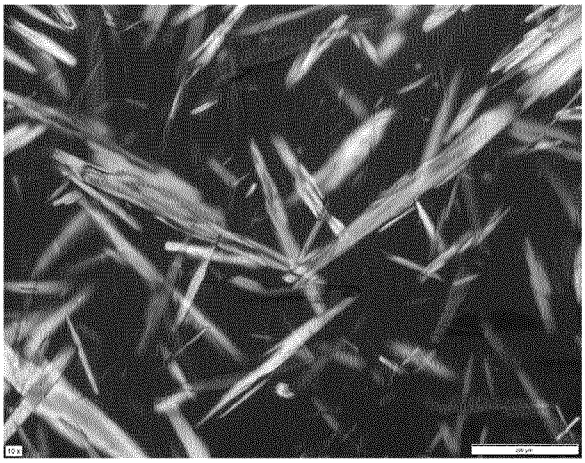


Figur 3

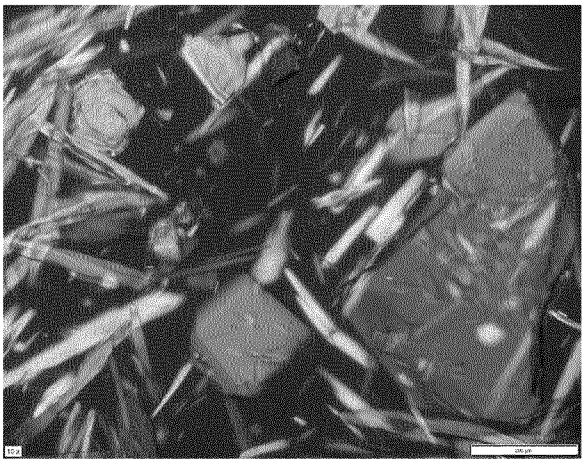
Figur 3 A



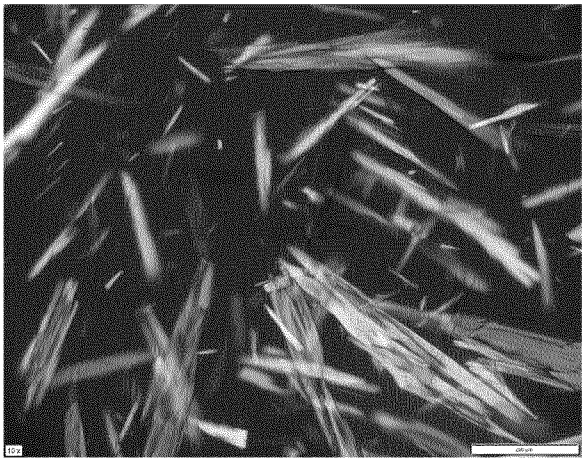
Figur 3 B



Figur 3 C

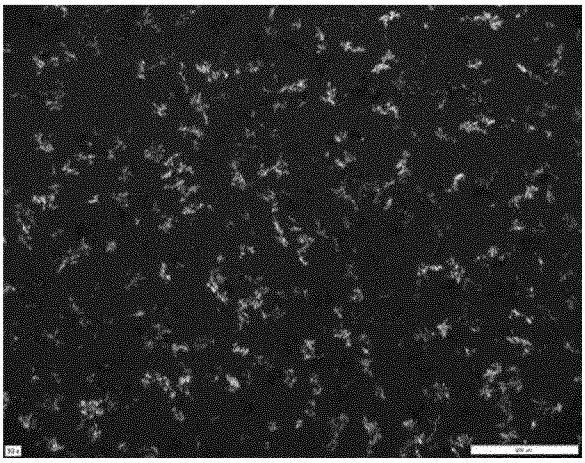


Figur 3 D

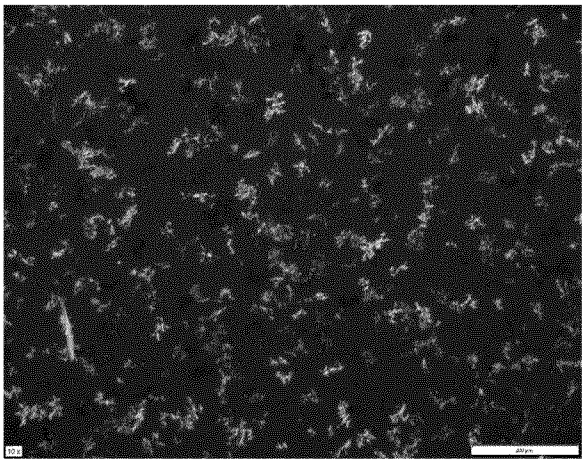


Figur 4

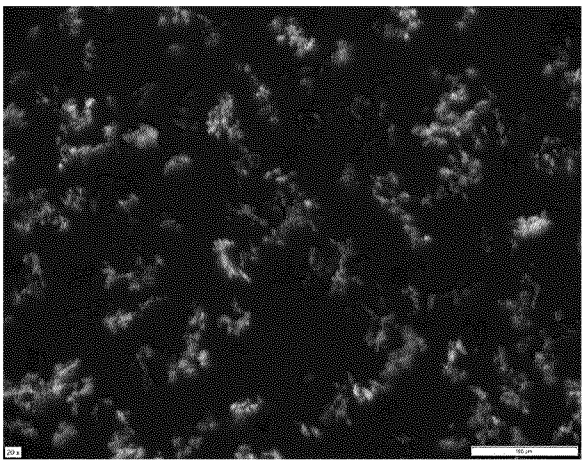
Figur 4 A



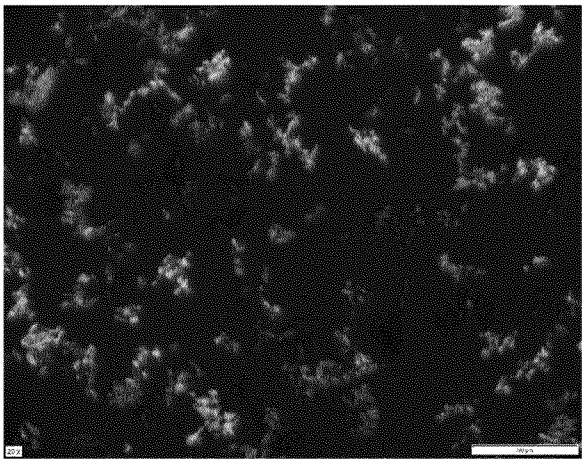
Figur 4 B



Figur 4 C

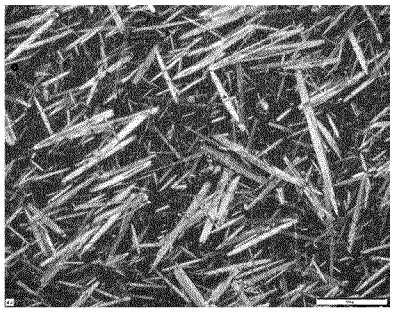


Figur 4 D

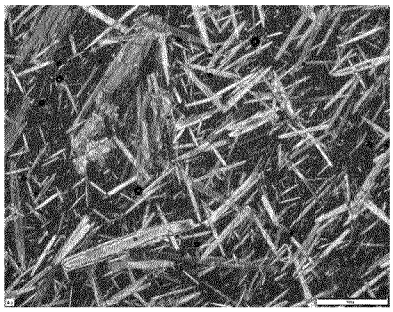


Figur 5

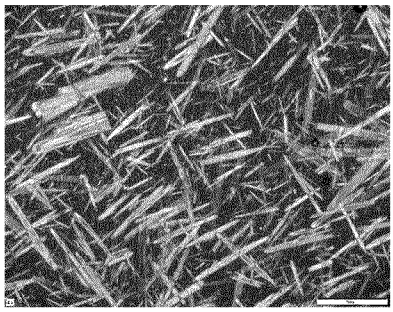
Figur 5 A



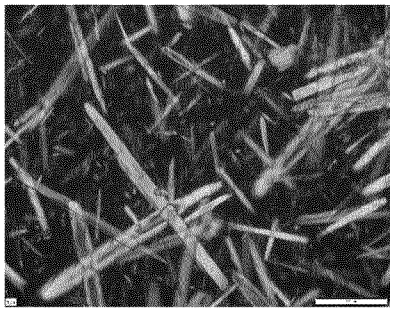
Figur 5 B



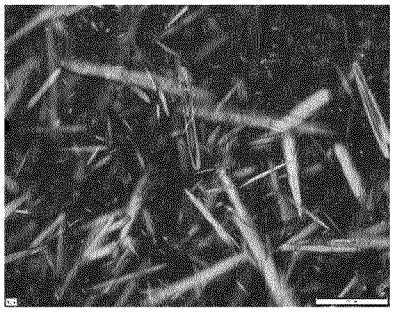
Figur 5 C



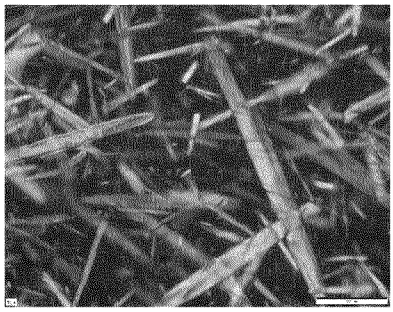
Figur 5 D



Figur 5 E

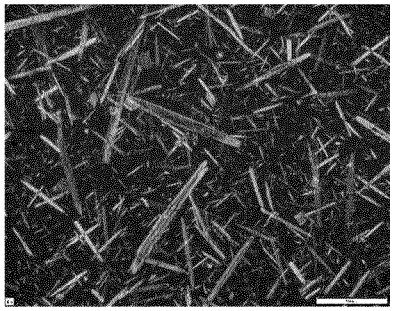


Figur 5 F

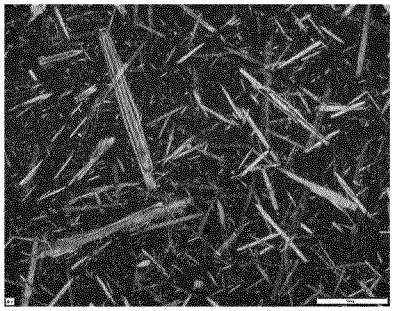


Figur 6

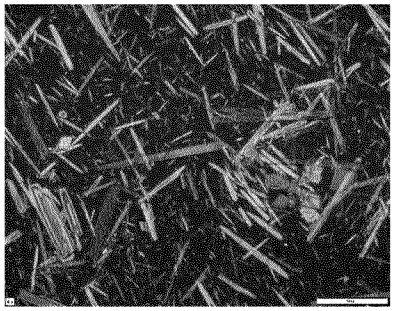
Figur 6 A



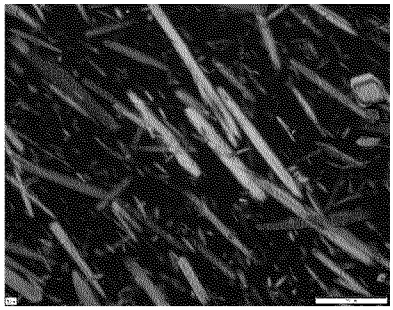
Figur 6 B



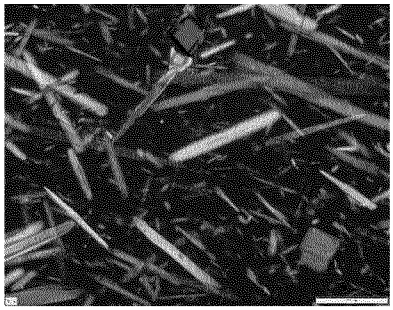
Figur 6 C



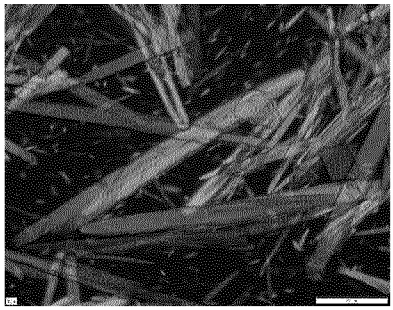
Figur 6 D



Figur 6 E



Figur 6 F



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/EP2022/059965

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

A23L 27/30(2016.01)i; ***C07H 1/06***(2006.01)i; ***C07H 3/04***(2006.01)i; ***C07H 15/04***(2006.01)i; ***A23L 29/30***(2016.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

A23L; C07H

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 1013175 A1 (SUEDZUCKER AG [DE]) 28 June 2000 (2000-06-28) cited in the application	26,27
A	paragraph [0023] paragraph [0033] - paragraph [0034] paragraph [0057]; examples 1,4-7,10-12 paragraph [0062]	1-25
X	US 6414138 B1 (DEGELMANN HANSPETER [DE] ET AL) 02 July 2002 (2002-07-02) cited in the application	26,27
A	column 5, line 23 - line 30 examples 1-3 column 1, line 26 - line 60 column 3, line 52 - column 4, line 9 column 2, line 26 - column 3, line 24	1-25

☑ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☑ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
12 July 2022	**03 August 2022**

Name and mailing address of the ISA/EP	Authorized officer
European Patent Office **p.b. 5818, Patentlaan 2, 2280 HV Rijswijk** **Netherlands** Telephone No. **(+31-70)340-2040** Facsimile No. **(+31-70)340-3016**	**Granet, Nicolas** Telephone No.

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	"3.2 Production of Isomalt" In: Margaret A. Clarke. Carbohydrates in industrial synthesis : proceedings of the symposium of the Division of Carbohydrate Chemistry of the American Chemical Society, DE, : Bartens , pages 48-55, 1992, ISBN: 978-3-87040-052-1. XP009530270 page 48	1-27

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/EP2022/059965

Patent document cited in search report	Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
EP 1013175 A1	28 June 2000	AT 207305 T	15 November 2001
		AT 542428 T	15 February 2012
		AU 705600 B2	27 May 1999
		BR 9610354 A	06 July 1999
		CA 2230682 A1	13 March 1997
		DE 19549825 B4	04 November 2010
		DK 0847242 T3	18 February 2002
		DK 1013175 T3	14 May 2012
		EP 0847242 A1	17 June 1998
		EP 1013175 A1	28 June 2000
		ES 2164918 T3	01 March 2002
		ES 2380914 T3	21 May 2012
		HK 1030527 A1	11 May 2001
		IL 123494 A	19 March 2001
		IL 137558 A	14 June 2001
		IL 137560 A	08 August 2001
		JP 3336590 B2	21 October 2002
		JP 3649742 B2	18 May 2005
		JP 3649990 B2	18 May 2005
		JP 3649991 B2	18 May 2005
		JP 4188894 B2	03 December 2008
		JP H11507243 A	29 June 1999
		JP 2000312559 A	14 November 2000
		JP 2000342185 A	12 December 2000
		JP 2000342200 A	12 December 2000
		JP 2005040143 A	17 February 2005
		NZ 316930 A	29 July 1999
		PT 847242 E	29 April 2002
		PT 1013175 E	02 May 2012
		RU 2153808 C2	10 August 2000
		US 6555146 B1	29 April 2003
		US 6562392 B1	13 May 2003
		US 2002028276 A1	07 March 2002
		US 2003162726 A1	28 August 2003
		WO 9708958 A1	13 March 1997
US 6414138 B1	02 July 2002	AT 238325 T	15 May 2003
		AU 734285 B2	07 June 2001
		BR 9803282 A	11 January 2000
		CA 2229410 A1	14 August 1998
		DE 19705664 A1	27 August 1998
		DK 0859006 T3	11 August 2003
		EP 0859006 A2	19 August 1998
		ES 2195205 T3	01 December 2003
		JP 3316179 B2	19 August 2002
		JP H10310595 A	24 November 1998
		PT 859006 E	30 September 2003
		SI 0859006 T1	31 October 2003
		US 6414138 B1	02 July 2002

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP2022/059965

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
INV. A23L27/30 C07H1/06 C07H3/04 C07H15/04 A23L29/30
ADD.

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
A23L C07H

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)
EPO-Internal, WPI Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	EP 1 013 175 A1 (SUEDZUCKER AG [DE]) 28. Juni 2000 (2000-06-28) in der Anmeldung erwähnt	26,27
A	Absatz [0023] Absatz [0033] - Absatz [0034] Absatz [0057]; Beispiele 1,4-7,10-12 Absatz [0062]	1-25

X	US 6 414 138 B1 (DEGELMANN HANSPETER [DE] ET AL) 2. Juli 2002 (2002-07-02) in der Anmeldung erwähnt	26,27
A	Spalte 5, Zeile 23 - Zeile 30 Beispiele 1-3 Spalte 1, Zeile 26 - Zeile 60 Spalte 3, Zeile 52 - Spalte 4, Zeile 9 Spalte 2, Zeile 26 - Spalte 3, Zeile 24	1-25

	-/--	

[X] Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen [X] Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
"E" frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist
"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung;; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden
"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung;; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts
12. Juli 2022	03/08/2022

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde	Bevollmächtigter Bediensteter
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Granet, Nicolas

1

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP2022/059965

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	"3.2 Production of Isomalt" In: Margaret A. Clarke: "Carbohydrates in industrial synthesis : proceedings of the symposium of the Division of Carbohydrate Chemistry of the American Chemical Society", 1992, Bartens, DE, XP009530270, ISBN: 978-3-87040-052-1 Seiten 48-55, Seite 48 -----	1-27

1

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2022/059965

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 1013175 A1	28-06-2000	AT 207305 T	15-11-2001
		AT 542428 T	15-02-2012
		AU 705600 B2	27-05-1999
		BR 9610354 A	06-07-1999
		CA 2230682 A1	13-03-1997
		DE 19549825 B4	04-11-2010
		DK 0847242 T3	18-02-2002
		DK 1013175 T3	14-05-2012
		EP 0847242 A1	17-06-1998
		EP 1013175 A1	28-06-2000
		ES 2164918 T3	01-03-2002
		ES 2380914 T3	21-05-2012
		HK 1030527 A1	11-05-2001
		IL 123494 A	19-03-2001
		IL 137558 A	14-06-2001
		IL 137560 A	08-08-2001
		JP 3336590 B2	21-10-2002
		JP 3649742 B2	18-05-2005
		JP 3649990 B2	18-05-2005
		JP 3649991 B2	18-05-2005
		JP 4188894 B2	03-12-2008
		JP H11507243 A	29-06-1999
		JP 2000312559 A	14-11-2000
		JP 2000342185 A	12-12-2000
		JP 2000342200 A	12-12-2000
		JP 2005040143 A	17-02-2005
		NZ 316930 A	29-07-1999
		PT 847242 E	29-04-2002
		PT 1013175 E	02-05-2012
		RU 2153808 C2	10-08-2000
		US 6555146 B1	29-04-2003
		US 6562392 B1	13-05-2003
		US 2002028276 A1	07-03-2002
		US 2003162726 A1	28-08-2003
		WO 9708958 A1	13-03-1997
US 6414138 B1	02-07-2002	AT 238325 T	15-05-2003
		AU 734285 B2	07-06-2001
		BR 9803282 A	11-01-2000
		CA 2229410 A1	14-08-1998
		DE 19705664 A1	27-08-1998
		DK 0859006 T3	11-08-2003
		EP 0859006 A2	19-08-1998
		ES 2195205 T3	01-12-2003
		JP 3316179 B2	19-08-2002
		JP H10310595 A	24-11-1998
		PT 859006 E	30-09-2003
		SI 0859006 T1	31-10-2003
		US 6414138 B1	02-07-2002