



(19)

österreichisches
patentamt

(10)

AT 413 698 B 2006-05-15

(12)

Patentschrift

- (21) Anmeldenummer: A 1461/2002 (51) Int. Cl.⁷: C07H 1/00
(22) Anmeldetag: 2002-09-27 C08B 37/18, 31/04, B01F 13/06
(42) Beginn der Patentdauer: 2005-09-15
(45) Ausgabetag: 2006-05-15

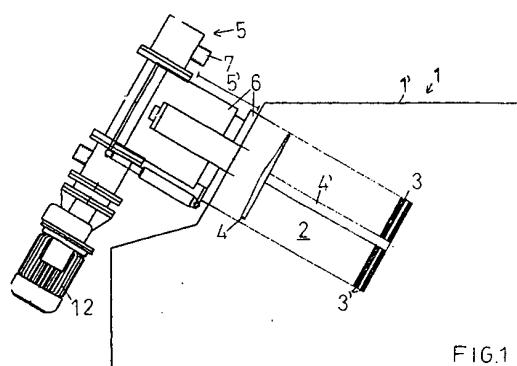
(56) Entgegenhaltungen:
US 3527606A EP 0710670A
AT 8500857A EP 0916877A
EP 0832682A US 5455342A

(73) Patentinhaber:
SÜDZUCKER AKTIENGESELLSCHAFT
MANNHEIM/OCHSENFURT
D-68165 MANNHEIM (DE).

(54) **MISCHVORRICHTUNG UND ABDECKVORRICHTUNG, VERWENDUNG DERSELBEN SOWIE VERFAHREN ZUR MODIFIZIERUNG UND DERIVATISIERUNG VON KOHLENHYDRATEN**

(57) Die vorliegende Erfindung betrifft eine Mischvorrichtung sowie deren Verwendung zur physikalischen Modifizierung und/oder chemischen Derivatisierung von hochmolekularen und/oder niedermolekularen Kohlenhydraten, Proteinen und/oder Mischungen hievon mit mindestens einem Mischer (4) und mindestens einer dichtend geführten Pressplatte (3) in einer mittels einer Abdeckung (6) dicht verschließbaren Mischkammer (2) und einer Austragsvorrichtung (5) mit einem Einzugsteil (5') und mit einem Austragsteil (7). Die Austragsvorrichtung (5) umfasst eine Zwangsförderung, wie eine Förderschnecke, vorzugsweise einen Einschnecken-Extruder, und ist an der Abdeckung (6) der Mischkammer (2) angeordnet.

Des Weiteren betrifft die vorliegende Erfindung ein Verfahren zur physikalischen Modifizierung und/oder chemischen Derivatisierung von hochmolekularen und/oder niedermolekularen Kohlenhydraten, Proteinen und/oder Mischungen hievon. Das Ausgangsprodukt wird mittels einer Mischvorrichtung umfassend eine Mischkammer mit einer Pressplatte und



Die Erfindung betrifft die Verwendung einer Mischvorrichtung zur physikalischen Modifizierung und/oder chemischen Derivatisierung von Kohlenhydraten, Proteinen sowie Mischungen hievon.

5 Weiters betrifft die Erfindung eine Mischvorrichtung zur physikalischen Modifizierung und/oder chemischen Derivatisierung von Kohlenhydraten, Proteinen sowie Mischungen hievon mit einer Austragsvorrichtung.

10 Die Erfindung betrifft weiters die Verwendung der Mischvorrichtung mit der Austragsvorrichtung zur physikalischen Modifizierung und/oder chemischen Derivatisierung von Kohlenhydraten, Proteinen sowie Mischungen hievon.

15 Weiters betrifft die Erfindung ein Verfahren zur physikalischen Modifizierung und/oder chemischen Derivatisierung von Kohlenhydraten, Proteinen sowie Mischungen hievon.

20 Bei der Behandlung von Kohlenhydraten, Proteinen sowie Mischungen hievon, wie sie etwa in der Nahrungsmittelbranche, Papierindustrie oder in anderen technischen Industriezweigen durchgeführt werden, gilt es bekannterweise, die physikalischen wie auch chemischen Eigenschaften, wie Viskosität, zu verbessern. Dies wird im Allgemeinen z.B. bei Polysacchariden, insbesondere Stärke, über die physikalische Modifikation und/oder die chemische Derivatisierung des Rohmaterials, erreicht, wobei typische Mengen an Wasser, Weichmacher und andere Mittel beigemengt werden. Die Behandlung bzw. Umsetzung der Kohlenhydrate basiert auf kontinuierlicher Homogenisierung der Komponenten unter speziellen Druckverhältnissen und Zuführung von Energie bzw. Temperatur. Nach Abschluss der mechanischen und thermischen Behandlung können die modifizierten und evtl. plastifizierten Produkte mittels Druckveränderung expandiert werden, wobei sich das Volumen um ein Vielfaches vergrößert, um ein gebrauchsfertiges oder für eine Weiterverarbeitung geeignetes Endprodukt zu erhalten.

25 Bislang wird auf diesem Gebiet der Autoklav eingesetzt, bei welchem in einem diskontinuierlichen Prozess Kohlenhydrate behandelt werden, insbesondere zur Herstellung von kaltwasserlöslichen Stärkederivaten. Dabei wird eine wässrige Stärkesuspension unter Beimengen von chemischen Reagenzien und ständigem Rühren chemisch umgesetzt. Eine Zuführung von thermischer Energie wird über die Gehäusewand meistens mittels einer Doppelmantelbeheizung oder aber auch Dampfinjektoren durchgeführt. Anschließend wird das Reaktionsprodukt 30 einem Trocknungsprozess - häufig mittels Walzentrockner - unterzogen, um ein lager- und transportfähiges Produkt zu erhalten. Dieses Verfahren ist investitions-, zeit- und energieaufwendig und vor allem niedrigviskose Eigenschaften der Stärke können nur durch zusätzliche chemische Eingriffe oder verlängerte thermische Behandlung herbeigeführt werden.

35 40 Ein diskontinuierliches Verfahren ist aus der US 3,527 606 bekannt, bei welchem Stärke in Teilchenform in einem Verdickungskocher mit Rührmittel zur mechanischen Behandlung des zu modifizierenden Gutes mittels Zentrifugalkraft suspendiert werden. Dabei werden die Stärkepartikel gegen die Wandung des Verdickungskochers geschleudert, um zwischen den Partikeln und der Wand eine Wärmeübertragung zur Modifizierung zu erreichen.

45 Eine andere auch in vielen anderen Anwendungsgebieten verwendete und gängige Vorrichtung stellt der Extruder dar, in welchem das zu behandelnde Material einem kontinuierlich arbeitenden Prozess unterzogen wird. Das Extrudergehäuse kann mit einem Kühl- bzw. Erwärmungsmantel ausgestattet sein, wodurch eine stetige Verfahrenstemperatur aufrechterhalten wird. Die 50 Retentionszeiten des zu behandelnden Gutes im Extrudergehäuse sind von der Länge der Extruderschnecke abhängig, was sich allerdings oftmals als nachteilig herausstellt, da die Retentionszeiten dadurch beschränkt sind. Negative Ergebnisse sind auch auf die permanente Zwangsbewegung des Materials und auf die nur geringfügig veränderbaren Betriebsbedingungen im Extrudergehäuse zurückzuführen. So ist bei einer Anwendung dieses Verfahrens zur 55 Herstellung von plastifizierter Stärke die Erzeugung hochviskoser Produkte nicht gewährleistet,

da die Stärkemoleküle im Extruder einer zu hohen thermischen wie auch mechanischen Belastung ausgesetzt sind und dabei abgebaut werden.

Ein ähnliches kontinuierliches Stärkemodifizierungsverfahren ist in der EP 710 670 B1 beschrieben, wobei die zu modifizierende Stärke in einem kontinuierlichen Pulverstrom über eine Einlassöffnung in ein abgeschlossenes zylindrisches Turboreaktorgehäuse mit Kühl- bzw. Erwärmungsmantel eingebracht wird. Ein Schaufelrad, dessen Schaufeln helikal an der Welle angeordnet sind, dient dem Zentrifugieren und dem simultanen Weiterbewegen des Reaktionsgutes in Richtung einer Auslassöffnung. Eine allfällige Trocknung kann mittels eines Turbetrockners erreicht werden, welcher an der Auslassöffnung des Turboreaktors angeordnet ist und ähnlichen Aufbau wie der Turboreaktor zeigt. Das erzeugte Endprodukt nach diesem Verfahren besteht in einem Trockenprodukt, insbesondere in einem trockenen Pulver.

Ein weiteres diskontinuierliches Verfahren zur Modifikation von Stärke oder anderen Polymeren sowie eine Vorrichtung hiezu wird in der US 5 455 342 A beschrieben. Ein Mischbehälter und eine damit verbundener Kompressionskammer dienen der Vorbehandlung und der Druckaufbringung der zu modifizierenden Stärke. Die Druckanwendung in der Kompressionskammer erfolgt durch einen Kolben. Von der Druckkammer führt eine mit einem Ventil versehene Verbindungsleitung zu einer so genannten „baffle chamber“ - ein Rohr mit einer Mehrzahl an entlang der Innenseite angeordneten baffles bzw. Ringen. Die Stärke wird durch das Rohr gepresst, wobei die baffles Turbulenzen im Material erzeugen. Die Austragung der modifizierten Stärke erfolgt durch eine Ausgangsleitung, wonach die Stärke gelagert oder gegebenenfalls getrocknet wird.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht nun in einer Verbesserung und einer Vereinfachung der Behandlung von Kohlenhydraten, Proteinen und/oder Mischungen hievon, sodass einerseits ein breites Spektrum an Ausgangsstoffen verwendbar ist und andererseits vielfältige, z.B. viskose, Eigenschaften des Endproduktes erhalten werden, wobei oben genannte Probleme vermieden werden.

Diese Aufgabe wird gemäß der vorliegenden Erfindung dadurch gelöst, dass eine Mischvorrichtung umfassend eine Mischkammer mit einem bewegbaren Mischer und einer dichtend geführten Pressplatte, wie sie in der AT 382 090 B beschrieben ist, zur physikalischen Modifizierung und/oder chemischen Derivatisierung von hochmolekularen und/oder niedermolekularen Kohlenhydraten, Proteinen und/oder Mischungen hievon verwendet wird. Die Verwendung dieser an sich bekannten Pressmischvorrichtung zur physikalischen Modifizierung und/oder chemischen Derivatisierung entspricht einer Kombination der oben beschriebenen kontinuierlichen und diskontinuierlichen (in batches) Arbeitsvorgänge. Die Verwendung dieses Konzepts ermöglicht einerseits einen Einsatz eines breitbandigen Spektrums an Rohstoffen zur Dispergierung und Plastifizierung und ermöglicht andererseits, dem Endprodukt entsprechend dem spezifischen Ausgangsprodukt und den aufgebrachten Verfahrensbedingungen weitreichende Beschaffenheit, wie sowohl niedrig oder aber auch mittlere oder hohe Viskosität, zu verleihen. Dazu werden erfindungsgemäß niedrige- und hochmolekulare Kohlenhydrate, Proteine und/oder Mischungen hievon herangezogen. Unter Mischungen werden auch Mischungen mit Mehlen verstanden, da Mehle pflanzlicher Herkunft proteinhaltig sind. Die erfindungsgemäß verwendete Mischvorrichtung ist hiezu besonders gut geeignet, da sie in ihrer Arbeitsweise sehr flexibel ist und dadurch auch eine Vielzahl von verschiedenen beschaffenen Endprodukten einfach und effizient herstellbar sind. Die modifizierten Kohlenhydrate, Proteine und/oder Mischungen hievon bzw. derart hergestellte Endprodukte sind vorteilhaft als funktionelle Roh- und/oder Zusatzstoffe in Anwendungsbereichen, welche von der Lebensmittel-, Kosmetik- und Pharmaindustrie, Spül- und Waschmittelindustrie über die Textilindustrie und Papierindustrie bis hin zur Bauindustrie und Kunststoffindustrie reichen. Weiters können die gemäß der vorliegenden Erfindung bereitgestellten Produkte zur Herstellung von Dämm-, Isolier- und Baustoffen, wie Verbundwerkstoffe, Keramikprodukten, Spanplatten, Gipsplatten, Verpackungsmaterialien dienen. Der derartig weitreichende Einsatzbereich von solchen Produkten basiert darauf, dass durch die

erfindungsgemäß verwendete Mischanlage die Betriebsbedingungen innerhalb der Mischvorrichtung individuell leicht steuerbar und kontrollierbar sind. Diese betreffen beispielsweise die regelbare Bewegung des Materials mittels des Mischers (nachfolgend näher beschrieben), wodurch eine stark beeinflussbare Homogenisierung gewährleistet ist. Weiters betreffen diese 5 die entkoppelte oder, falls gewünscht, simultane Druckaufbringung durch die separat steuerbare Pressplatte, welche variabel auf die spezifischen Charakteristiken des umzusetzenden Materials abgestimmt werden kann. Die erfindungsgemäß eingesetzte Mischvorrichtung - nachfolgend auch als Pressmischer bezeichnet - umfasst einen dicht verschließbaren Mischzyylinder bzw. Reaktorbehälter mit einem Mischwerkzeug und einer dichtend geführten axial beweglichen 10 Bodenplatte, welche als Pressplatte fungiert. Die erforderlichen Reaktionsbedingungen des umzusetzenden Materials sind individuell durch den rotierbaren und, unabhängig davon, oszillierbaren Mischer einstellbar. Durch die aufgebrachte mechanische Energie des Mischwerkzeugs wird beispielsweise pulverförmige Stärke soweit erhitzt, dass sich eine Umwandlung in eine plastifizierte Masse bei natürlichem Wassergehalt einstellt. Eine zusätzliche Beimengung 15 von Lösungsmittel, wie beim Einsatz herkömmlicher Vorrichtungen, ist daher nicht mehr notwendig und ein nachgeschalteter Trocknungsprozess, wie beim Autoklav-Verfahren, erübrigt sich. Die individuelle Anpassung der Betriebsverhältnisse der erfindungsgemäß verwendeten Mischvorrichtung umfasst auch ein Arbeiten unter Vakuum, wodurch eine Behandlung von beispielsweise Inulin besonders gute Ergebnisse liefert. Die Reaktionen können zusätzlich 20 mittels der Pressplatte zur Druckaufbringung beeinflusst werden. Beispielsweise zeigen hydrophobierende Substanzen während ihrer Behandlung schmierende Wirkung und die Verwendung von gängigen Vorrichtungen, insbesondere des Extruders, führt allzu oft zu erheblichen Konsistenzproblemen des zu behandelten Produktes. Die spezifischen Verfahrensbedingungen im Extruder sind aufgrund der inhärenten Schneckenlänge zwangsläufig nicht regelbar, 25 was eine unerwünschte inhomogene Beschaffenheit des Materials zur Folge hat. Darüber hinaus sind in vielen Fällen Hydrophobierungen, beispielsweise aus Gründen der Konsistenz des zu bearbeitenden Materials im Extruder überhaupt nicht möglich. Wenn solche hydrophobierenden Substanzen definierten Bedingungen der erfindungsgemäß kontinuierlichen Pressmischung unterzogen werden, können in erster Linie ihre Verweilzeiten kontrolliert erhöht bzw. 30 beeinflusst werden, wodurch ein höherer Substitutionsgrad erreicht werden kann und eine schmierende Wirkung des behandelten Gutes während seiner Umsetzung stellt sich erst gar nicht ein. Demgemäß sind auch größere Reaktionsausbeuten der zu behandelnden Ausgangsprodukte erreichbar. Hydrophobierung, unter welcher gemäß der Erfindung Veretherungsreaktionen mit Epoxyalkanen mit Kettenlängen von C₃ bis C₂₄, Veresterungsreaktionen mit Fettsäuren, Fettsäurechloriden, Fettsäureanhydriden (homogen oder gemischt), Alkylbernsteinsäuren, 35 Alkylbernsteinsäureanhydriden mit Kettenlängen von C₃ bis C₂₄ beispielsweise verstanden werden, sind gut erreichbar. Nicht nur die Konsistenz entspricht einem wichtigen Erfordernis, sondern auch Materialeigenschaften, wie Viskosität, spielen eine große Rolle bei der Herstellung von modifizierten bzw. plastifizierten Kohlenhydraten. Die Verfahrensbedingungen sind 40 daher weiters bei einer Carboxymethylierung oder Kationisierung von Bedeutung, wobei mit der erfindungsgemäß verwendeten Mischvorrichtung zufriedenstellende, den Anforderungen gerechte, Endprodukte äußerst leicht und effizient erhalten werden.

In Bezug auf die Ausgangsstoffe ist hinsichtlich hochmolekularer Kohlenhydrate ein breites 45 Spektrum an u.a. viskosen Eigenschaften mittels der erfindungsgemäß verwendeten Mischvorrichtung erreichbar, wenn native Stärke und/oder abgebaute und/oder bereits physikalisch und/oder chemisch modifizierte Derivate daraus eingesetzt werden. Neben unveränderten, hochmolekularen Kohlenhydraten können auch bereits behandelte Kohlenhydrate als Ausgangsmaterial verwendet werden, wodurch die Eigenschaften dieser Materialien mithilfe der 50 oben genannten Mischvorrichtung weiters verbessert bzw. verändert werden können und daher ein großer Einsatzbereich auch solcher behandelten Produkte geschaffen wird.

Der Einsatz nativer Stärke als Ausgangsprodukt ist besonders dann günstig, wenn die native Stärke aus Stärke von Mais, Wachsmais, Amylomais, Kartoffel, amylosefreie Kartoffel, Süßkartoffel, Weizen, Wachsweizen, Roggen, Gerste, Hafer, Amaranth, Tapioka, Maniok, Reis, Wachs- 55

reis, Erbsen und Hirse ausgewählt ist. Diese leicht erhältlichen Stoffe sind nicht nur kostengünstig, sondern besitzen auch äußerst gute Eigenschaften hinsichtlich ihrer Behandlung bzw. Weiterverarbeitung und ihrer industriellen Einsetzbarkeit.

- 5 Andere günstige Rohmaterialien aus der Gruppe der hochmolekularen Kohlenhydrate, welche ebenfalls zu zufriedenstellenden Endprodukten mithilfe der genannten Mischvorrichtung modifizierbar sind, umfassen neben obengenannten Stoffen Inulin, Oligofructose, Galaktomannane wie Guar, Johannsbrotkernmehl, Cassia, Tara Gummi und andere Hydrokolloide, wie sie beispielsweise in Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, R. L. Whistler, J. N. BeMiller: Industrial Gums, Polysaccharides and Their Derivatives, Third Edition, Academic Press, London, 1993 angeführt werden, insbesondere Pektin.

10 Hinsichtlich der niedermolekularen Kohlenhydrate ist es von Vorteil, wenn die Ausgangsstoffe Zucker und Zuckeralkohole umfassen. Bei Verwendung der genannten Mischvorrichtung sind 15 derartige Materialien optimal zu viskosen Endprodukten verarbeitbar. Zudem stellen sie in modifizierter Form einen guten Einsatzstoff in der chemischen Industrie dar, insbesondere in der Lebensmittelindustrie und Pharmazie, aber auch als Ausgangsprodukt für Polymere, Waschrohstoffe, Weichmacher, Emulgatoren und dergleichen.

- 20 In diesem Zusammenhang ist es günstig, wenn Zucker, ausgewählt aus Saccharose, Maltose, Fruktose sowie Glucose und Palatinose® eingesetzt wird.

Des weiteren ist es vorteilhaft, wenn im Einzelnen hydrierte Derivate, wie z.B. Palatinit®, Sorbit, Mannit, Xylit, Maltit, Lactit und andere in Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, 4 25 Auflage, Band 24, Seiten 749-793 angeführten Zucker und Zuckeralkohole verwendet werden.

Als Proteine können insbesondere pflanzliche Proteine genannt werden, wie sie zusammen mit den obigenen Ausgangsprodukten natürlich vorkommen, aber auch tierisches Protein, wie beispielsweise Kasein.

30 Die Anwendung der verwendeten Mischanlage liefert besonders gute Ergebnisse, wenn sie für die Herstellung von Kohlenhydraten, ausgehend von Mono- und/oder Disacchariden und/oder ihren Zuckeralkoholen, herangezogen wird. Genauer gesagt, handelt es sich bei der Herstellung von Kohlenhydraten um die Neusynthese von Kohlenhydraten, wobei die Polykondensation, welche zum Aufbau von neuen Kohlenhydraten im allgemeinen angewandt wird, mithilfe der erfindungsgemäßen Vorrichtung sehr effizient ist. Es ist klar, dass dazu Monomere oder Gemische der einzelnen Monomeren (Mono-, Disaccharide und deren Zuckeralkohole) zum Einsatz kommen, welche in der Mischanlage pressgemischt werden. Auf diese Weise sind beispielsweise Zuckeraustauschstoffe, welche zur Herstellung von kalorienreduzierten Lebensmitteln herangezogen werden, wie Polydextrose®, rasch und ohne großen Aufwand herstellbar. Weiters gewährleistet die Neusynthese solcher Kohlenhydrate unter Verwendung einer derartigen Mischvorrichtung nicht nur eine verbesserte Textur des behandelten Produktes, sondern kommt 35 auch dem Geschmackseindruck zugute.

40 Eine weitere Aufgabe der Erfindung besteht in der Schaffung einer verbesserten Mischvorrichtung zur physikalischen Modifizierung und/oder chemischen Derivatisierung von hochmolekularen und/oder niedermolekularen Kohlenhydraten, Proteinen und/oder Mischungen hievon. Im Einzelnen handelt es sich dabei um eine modifizierte Mischvorrichtung, welche ansatzweise 45 zuvor beschrieben worden ist, wobei dieses genannte Konzept zur Behandlung der genannten 50 Ausgangsstoffe optimiert werden soll. Gegenständliche Mischvorrichtung weist mindestens einen Mischer und mindestens eine dichtend geführte Pressplatte in einer mittels einer Abdickung dicht verschließbaren Mischkammer auf. Weiters ist eine Austragsvorrichtung mit einem Einzugsteil und mit einem Austragsteil vorgesehen.

- 55 Bei obiger Pressmischanlage gemäß der AT 382 090 B ist zwar eine Austragsvorrichtung

vorgesehen, welche allerdings nicht weiter spezifiziert ist. Es ist bekannt, dass für einen Austrag von modifizierten bzw. plastifizierten Kohlenhydraten ein mäßiger und materialschonender Vorgang erforderlich ist, sodass das zu erzielende Endprodukt mit zufriedenstellender Konsistenz und viskosen Eigenschaften aus der Mischanlage entnommen werden kann. Gerade beim

- 5 Austragsvorgang stellt sich oftmals das Problem einer ungenügenden, reduzierten Expansion bzw. eines Aufblasen der plastifizierten Endprodukte, da ein Austragen bzw. Auspressen des behandelten Stoffes aus der Umsetzungsvorrichtung allzu rasch und/oder uneinheitlich vonstatten geht, sodass das verkleisterte Material inhomogen, d.h. nur an seiner Oberfläche, expandiert. Ein solches Fehlverhalten der Umsetzung und Austragung kann sogar dazu führen, dass
- 10 das expandierte Austragprodukt eine Härte, vergleichbar mit der von Glas, entwickelt und somit ein vollkommen unbrauchbares Produkt ist.

Die in der EP 916 877 A2 beschriebene hochdruckfeste Dichtungseinrichtung zur Homogenisierung oder Dispergierung empfindlicher flüssigen Phasen oder Feststoffe weist einen hochdruckfesten Mischbehälter mit einem durch die Mischbehälterabdeckung geführten axial verschiebbar gelagerten Rotor als Mischwerkzeug und einem darüber gelagerten, plattenförmigen Element bzw. Druckplatte auf. Die Druckplatte ist in ihrem Umfang mit einer Mehrzahl von Dichtungselementen ausgestattet. Das zu behandelnde Mischgut wird bei Herabsenken des Rotors und des plattenförmigen Elements aufgenommen und in einem Spalt zwischen dem Rotor und dem 20 plattenförmigen Element scherbeansprucht. Mittels dieser Vorrichtung gelingt es zwar einerseits, die Behandlungszeiten der zu vermengenden Stoffe herabzusetzen, indem neben der Rotation und Pressdruck zusätzlich die Scherung auf das Material wirkt und andererseits mittels der Dichtungselemente einen sicheren Abschluss des Mischbehälters gegen atmosphärische Einflüsse zu erhalten, jedoch bietet sie keinen Lösungsansatz oben genannter Nachteile während 25 des Austragsvorganges des behandelten Materials. Eine Austragsvorrichtung ist auch hier nicht näher spezifiziert.

Aus der EP 832 682 A1 ist eine frühere Entwicklung der soeben angeführten Dichtungseinrichtung zum Homogenisieren und Dispergieren von flüssigen Phasen bekannt. Auch bei dieser 30 Mischvorrichtung ist keine Austragsvorrichtung offenbart; eine Entnahme des behandelten Materials erfolgt lediglich durch Aufwärtsschub des an der Oberseite des Rotors befindlichen plattenförmigen Elementes, wobei das Material als Ganzes ausgebracht wird, womit wieder Gefahr gelaufen wird, dass bereits erwähnte Problematiken während des Austragsvorganges leicht auftreten.

35 Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es nun, eine Mischvorrichtung mit optimierter Austragsvorrichtung zu schaffen, mit welcher einerseits eine Expansion von modifizierter Endprodukten, insbesondere plastifizierte Polysaccharide bzw. Stärke, langsam bzw. regelbar je nach Material Einsatz und ohne große zusätzlichen Aufwendungen herbeigeführt wird, so dass das gesamte 40 Material als einheitlich schaumartig aufgeblasene Masse einfach und problemlos ausgetragen bzw. aus der Mischvorrichtung entfernt werden kann.

Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, dass die Austragsvorrichtung einer Mischvorrichtung eine 45 Zwangsförderung, wie eine Förderschnecke, vorzugsweise einen Einschnecken-Extruder, umfasst und vorzugsweise an der Abdeckung der Mischkammer angeordnet ist, wobei andere Anordnungen, horizontal oder vertikal entlang des Reaktionsbehälters ebenfalls denkbar sind. Als Zwangsförderseinrichtung können beispielsweise auch Zellradschleusen, Spindelpumpen, wie Mohno-Pumpen, Zahnraddpumpen oder dergleichen verwendet werden. Eine Zwangsförderung als Austragsvorrichtung schafft eine erweiterte Kombination des kontinuierlichen und 50 diskontinuierlichen Behandlungskonzeptes von Ausgangsprodukten zur Erhaltung breitbandiger viskoser Eigenschaften, da die auf das zwangsgeforderte Material aufgebrachten Druckverhältnisse kontrollierbar sind. Die in einer derartigen Austragsvorrichtung mögliche unbegrenzte Steuerung der Retentionszeit und der Druckaufbringung erlaubt die vollständige Expansion des Austragsproduktes zur Erreichung optimaler, hochqualitativer und v.a. homogener Materialbeschaffenheiten. Darüber hinaus wird durch das stetige Weiterbewegen des Austragsgutes eine

Entnahme in definierten, bestimmbaren Chargen geschaffen, sodass das Austragsprodukt als vertriebsfertiger, aber auch als leicht weiterverarbeitbarer Strang aus der Mischvorrichtung entnommen werden kann. Es ist auch denkbar, dass die Austragsvorrichtung beheiz- bzw. kühlbar ist, sodass eine zusätzliche Temperatureinwirkung bzw. Temperatureinhaltung auf das

5 zwangsgeforderte Material möglich ist. Darüber hinaus ist es vorstellbar, dass ein Vakuumanschluss im Bereich der Zwangsförderung der Austragsvorrichtung vorgesehen ist, sodass Unterdruckverhältnisse innerhalb der Austragsvorrichtung und im Reaktionsbehälter gestattet sind. Dies ist bei Behandlung von beispielsweise Polysacchariden bzw. Herstellung von hochverresterten Produkten vorteilhaft, da entstehendes Reaktionswasser, welches störend auf die

10 Reaktionsführung bzw. auf die Reaktionsausbeuten wirkt, während der Reaktion im Pressmischer entfernt werden kann. Vorteilhafterweise ist die Anordnung der Austragsvorrichtung derart gestaltet, dass sie, vorzugsweise der Extruder, quer durch die Abdeckung geführt ist. Durch eine solche Ausgestaltung der Abdeckung, welche dem Deckel des Mischbehälters entspricht, ist ein einfacher, direkter Zugang in die Austragsvorrichtung aus der Mischkammer und somit

15 gleichzeitig ein Austrag- bzw. Auspressvorgang des Materials aus der Mischkammer geschaffen, welcher zwangsweise, aber sehr wohl kontrolliert, vonstatten geht.

Um einen Zugang von der Mischkammer zur Austragsvorrichtung zu schaffen, ist es zweckdienlich, dass eine solche Verbindung durch zumindest eine Öffnung in der Abdeckung der Mischkammer realisiert ist. Es können auch mehr als eine Verbindung vorgesehen sein, wodurch das Mischgut aus der Mischkammer ungehindert über den Einzugsteil des Zwangsfördermittels, insbesondere des Extruders, von der Austragsvorrichtung aufgenommen wird. Bei dieser Öffnung ist es von Vorteil, wenn sie eine schlitzartige, längliche Form aufweist, wobei aber auch kreisförmige, rechteckige, elliptische oder ähnlich geformte Durchbrechungen vorgesehen

20 werden können.

Gemäß einem weiteren Merkmal der Erfindung ist die Verbindungsöffnung der Austragsvorrichtung in der Abdeckung außermittig angeordnet. Durch eine solche exzentrische Anordnung wird gewährleistet, dass das auszutragende Material optimal in den Einzugsteil des Extruders

30 gelangt.

In diesem Zusammenhang ist es zweckdienlich, wenn der Mischer der Mischvorrichtung und die dichtend geführte Pressplatte der Mischkammer in Richtung der Abdeckung verschiebbar ist. Der umgesetzte Stoff wird dadurch vom oszillierbaren und rotierbaren Mischwerkzeug in Richtung Deckel bzw. Abdeckung bewegt und durch die ebenfalls in Richtung Abdeckung dichtend geführte Pressplatte in die Verbindungsöffnung, an welcher die Austragsvorrichtung anschließt, gedrängt. Der Mischer streift das Material an den Öffnungskanten der Verbindung bzw. seiner Umrandung ab, sodass das gesamte Material aus der Mischkammer entfernt wird. Selbstverständlich kann die Anordnung dieser Verbindungsöffnung auch mittig oder im Randbereich

35 ausgebildet sein, wobei allerdings eine vollständige Entleerung der Mischkammer gewährleistet sein muss, so dass kein restliches, ungenutztes Mischgut in der Mischkammer verbleibt. Dieses erfindungsgemäße Merkmal der vorzugsweisen axialen Verschiebbarkeit des Mischers und der

40 Platte dient weiters nicht nur dem maximalen aber dosierten Austrag des Mischgutes aus der Mischkammer, sondern auch einer gründlichen Entleerung derselben. Für eine besonders

45 exakte Führung des Mischgutes in die Austragsvorrichtung ist es vorteilhaft, wenn der Mischer direkt und die dichtend geführte Pressplatte der Mischkammer nahe an die Verbindungsöffnung der Austragsvorrichtung bewegbar ist.

Zusätzlich ist es von Vorteil, wenn die Abdeckung der Mischkammer mit Ventilen versehen ist.

50 Somit ist grundsätzlich nicht nur ein Arbeiten unter verschiedenen Druckverhältnissen, wie auch Vakuum, geschaffen, sondern auch eine Beschickung, Belüftung, Begasung oder etwa Evakuierung (beispielsweise in Form eines Sicherheitsventils) gestattet. Dies umfasst auch die Möglichkeit einer Zudosierung von gasförmigen bzw. flüssigen Komponenten bzw. Reagenzien oder aber auch eine Abfuhr von unerwünschten, insbesondere flüchtigen, Nebenprodukten, die aus

55 der Reaktion der behandelten Ausgangsprodukte entstehen. Die Ausstattung der Abdeckung

mit Ventilen hat besonders den Vorteil, dass kontinuierliche Arbeitsbedingungen gefahren werden können; d.h. die Ventile werden für eine Beschickung der Kammer mit frischem Rohmaterial und/oder zusätzlichen anderen Komponenten eingesetzt, um sofort nach hinreichendem, kontrollierter Umsetzung des Mischgutes mittels der Austragsvorrichtung entnommen zu werden, wobei gleichzeitig eine Nachfüllung mit frischem Rohmaterial über die Ventile stattfinden kann, ohne den Betrieb der Anlage anhalten zu müssen. Alternativ zur kontinuierlichen Anwendung der Arbeitsschritte ist es auch denkbar, diskontinuierliche, semikontinuierliche oder "batchweise" Bedingungen zu fahren. Dazu werden nach Einbringung der zu behandelten Komponenten die Ventile verschlossen gehalten, bis der aktivierte Austragsvorgang des Mischgutes über die Austragsvorrichtung abgeschlossen ist, so dass die Mischkammer ebenso wie der Austragsextruder vollständig entleert sind. Das System kann anschließend einer Reinigung unterzogen werden, indem - über beispielsweise dafür vorgesehene Ventile oder verschließbare Durchlassöffnungen - Reinigungsmittel (oder Wasser) in die Mischkammer eingebracht und die Anlage bis zu einer vollständigen Entleerung des Anlageninneren in Betrieb gehalten wird.

Es ist zweckmäßig, wenn Druck- bzw. Temperatursensoren zur Kontrolle der Mischkammer an der Mischkammer zugewandten Unterseite der Abdeckung angeordnet sind. Sowohl Anzahl als auch Anordnung sowie Position kann beliebig, je nach Notwendigkeit, ausgestaltet sein. Diese Sensoren dienen als Kontrollmittel; dementsprechend soll Art und Typ der Sensoren derart gewählt sein, dass sie eine genaue Beobachtung und eventuelles Korrigieren der Reaktionsbedingungen der Mischkomponenten in der Mischkammer ermöglichen. So kann beispielsweise bei Ungenügen der für die zu behandelten Materialien erforderlichen Energie mittels der Temperatursensoren erfasst werden und rasch ausgeglichen werden, indem Wärme zugeschaltet wird. In diesem Zusammenhang ist es denkbar, dass derartige Steuerungen bzw. Regelungen von einem zugeschalteten Rechner übernommen werden oder aber auch manuell getätigten können.

Um eine gleichmäßige und einheitliche Expansion der Masse zu erreichen, ist es gemäß einem weiteren Erfindungsmerkmal vorgesehen, dass ein Austragsventil am Austragsteil der Austragsvorrichtung bzw. des Extruders vorgesehen ist. Hier ist die Art bzw. der Typ des Ventils in Abhängigkeit der Materialeigenschaften zu wählen, wobei der Austragsteil abnehmbar bzw. durch andere verschiedenartige Austragsteile austauschbar sein kann. Es ist auch denkbar, dass die Austragszone mit der regelbaren Durchlassöffnung auf eine beliebige Formgebung (je nach anschließender Verwendung oder Weiterverarbeitung) des ausgetragenen Stoffes abgestimmt sein kann. Entsprechend ist ein Austrag der umgesetzten Endprodukte in Form eines Stranges oder anderer Gestaltausbildung, beispielsweise bereits geschnitten, möglich. Zu diesem Zweck kann am Ende der Austragsvorrichtung eine Schneidevorrichtung mit rotierender Messerklinge angebracht sein.

Gemäß der Erfindung ist es äußerst zweckmäßig, wenn die dichtend geführte Pressplatte in der Mischkammer mit Gleitringdichtungen versehen ist, welche vorzugsweise aus gehärtetem Metall gefertigt sind. Dadurch ist sichergestellt, dass ein breites Spektrum an Materialkombinationen einer Behandlung in der Mischkammer mit Austragsvorrichtung unterzogen werden kann, ohne Gefahr zu laufen, einen Verschleiß, wie Korrosions-, Abrasions- oder andere Abnutzungserscheinungen zu verursachen. Es können auch herkömmliche O-Ringe aus Kautschukmaterial, Teflon-ummanteltem Gummi, Dichtungen aus Viton oder vergleichbare Materialien eingesetzt werden, wobei gewährleistet sein muss, dass in Abhängigkeit des eingesetzten Materials bzw. Mischgutes keine schädigenden Auswirkungen auf die Belastbarkeit bzw. Beständigkeit dieser Dichtungen herbeigeführt werden.

Hinsichtlich einer physikalischen Modifizierung und/oder chemischen Derivatisierung von hochmolekularen und/oder niedermolekularen Kohlenhydraten, Proteinen und/oder Mischungen hievon ist es besonders vorteilhaft, wenn die eingangs erläuterte Mischvorrichtung mit Austragsvorrichtung soeben beschriebener Art verwendet wird. Dieses besondere Merkmal der vorliegenden Erfindung, welches durch den Einsatz der Austragsvorrichtung charakterisiert ist,

besteht in der Realisierung der optimierten Kombination des kontinuierlichen mit dem diskontinuierlichen Konzept zur Herstellung von plastifizierten niedrig-, mittel- als auch hochviskosen Endprodukten hoher Qualität. So z.B. ist ein sofort einsatzfähiges und hochwertiges Verbundmaterial unter Verwendung der erfindungsgemäßen Vorrichtung auf einfachste Weise herstell-

5 bar. Dies erfolgt einfach durch das Einbringen von Kohlenhydraten, insbesondere Stärke bzw. modifizierte Stärke, gemeinsam mit Kunststoffen, wie beispielsweise Polyethylen, Polypropylen und andere Polyolefine, Polystyrol, Polyester, Polyvinylchlorid und dergleichen, in die Mischvorrichtung, in welcher das eingebrachte Material plastifiziert wird und über die Austragsvorrichtung sofort als weiterverarbeitbarer Verbundwerkstoff entnommen wird. Durch die direkt angeschlossene kontinuierliche Austragung ergibt sich der besondere Vorteil, dass ein Einsatz von Weichmachern, welche sonst bei herkömmlichen Vorrichtungen, wie dem Extruder, erforderlich sind, um ein hochwertiges Verbundmaterial herzustellen, erheblich reduziert wird oder sogar zur Gänze eingespart werden kann.

15 Eine Mischvorrichtung mit einer Austragsvorrichtung ist dann besonders von Vorteil, wenn sie für die Herstellung von Kohlenhydraten bzw. Neusynthese, ausgehend von Mono- und/oder Disacchariden und/oder ihren Zuckerkoholen, eingesetzt wird. In diesem Zusammenhang ist es zweckmäßig, wenn hiezu oben genannte Mischvorrichtung gemeinsam mit oben angeführter Austragsvorrichtung herangezogen wird.

20 Eine weitere Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Schaffung eines Verfahrens zur physikalischen Modifizierung und/oder chemischen Derivatisierung von hochmolekularen und/oder niedermolekularen Kohlenhydraten, Proteinen und/oder Mischungen hievon. Übliche Methoden, wie die anfangs erläuterten kontinuierlichen und diskontinuierlichen Verfahren sind einerseits mittels Extruder und andererseits mittels Autoklav durchführbar. Es ist auch bekannt, dass diese beiden Anwendungsmethoden seriell und/oder parallel geschalten sein können, um die Vorteile jedes einzelnen Verfahrens zu nutzen. Allerdings können diese Techniken selbst in einer derartigen Anordnung nicht alle Nachteile hantieren, wie dies beispielsweise bei den Reaktionszeiten der herkömmlichen Verfahren der Fall ist, welche u.a. bereits eingangs erörtert worden sind. In diesem Zusammenhang ist bei großen Anforderungen hinsichtlich verschiedenartiger, hochqualitativer Viskositätseigenschaften des Endprodukts eingeschränkte und/oder fehlerhafte Durchführbarkeit gegeben. Dazu gehören die Erfordernisse von verfahrensspezifischen Zusätzen und/oder Reagenzien, um zu einem entweder hoch- oder niederviskosen Endprodukt zu kommen. Beispielsweise sind Weichmacher als Zusatz bei der Plastifizierung von Stärke notwendig, um ein Produkt mit anspruchsvollen Viskositätseigenschaften zu erhalten. Ein weiteres Beispiel ist, dass bei einer Modifizierung von Kohlenhydraten ein wässriges System unbedingt vorhanden sein muss, sodass sich überhaupt erst eine Modifizierung und/oder Derivatisierung der Stoffe, insbesondere im Falle von Stärke als Ausgangsprodukt, einstellen kann. Daran angeschlossen ist die verfahrensspezifische Anforderung einer Trocknung, welche in einem diskontinuierlichen Verfahren zumeist durch einen Walzentrockner realisiert wird. Weitere Nachteile liegen in relativ hohen Anlageinvestitionen, wobei zusätzlich große Energieaufwendungen bei relativ niedriger Effizienz der chemischen Reaktionen in den Systemen gegeben ist. Daraus resultiert zwangsläufig, dass die genannten Techniken kostenintensiv und, aufgrund der geringen Einsatzmöglichkeiten von Rohmaterialien, auch unökonomisch sind.

45 Zusammenfassend liegt die Aufgabe des vorliegenden Verfahrens darin, dass die Vorteile beider oben genannten kontinuierlichen und diskontinuierlichen Behandlungsmethoden in einem Verfahrensschritt durchführbar sind. Dabei ist es u.a. auch Ziel, die umzusetzenden Ausgangsprodukte auch bei sehr geringem bis gar keinem Wassergehalt optimal zu modifizieren, das plastifizierte Endprodukt leicht und v.a. regulierbar auszutragen, notwendige Reagenzien beliebig hinzu zu dosieren und flüchtige Nebenprodukte jederzeit zu entziehen.

55 Oben gestellte Aufgaben werden gemäß der vorliegenden Erfindung dadurch gelöst, dass die Ausgangsprodukte mittels einer Mischvorrichtung umfassend eine Mischkammer mit einer Pressplatte und einem Mischer pressgemischt werden, wobei die Führung der Pressplatte und

des Mischers voneinander entkoppelt erfolgt. Durch die, vorzugsweise axial führbare, Pressplatte wird das Material einerseits einem Vorschub und anderseits einer Druckbeanspruchung ausgesetzt. Die Wirkung des Mischers auf die zu modifizierenden Ausgangsprodukte sind die Homogenisierung, also das Mischen, und zusätzliche thermomechanische Behandlung durch 5 Druck- und Temperaturbeaufschlagung der zu modifizierenden Ausgangsprodukte. Die unabhängig voneinander fahrbare Behandlung des Mischgutes ist eine entkoppelte Führung der beiden Konstruktionsteile. Dadurch können je nach Anfordernis, welche einerseits von der Art 10 des eingesetzten Rohstoffs und andererseits von der erwünschten Zielsetzung der Beschaffenheit des Endproduktes (Viskosität, Vermahlbarkeit, etc.) abhängen, die Ausgangsprodukte äußerst flexibel und somit einfacher umgesetzt werden. Dies besteht in erster Linie in den kontrollierbaren und individuell abstimmbaren Verweilzeiten, wodurch die Reaktionen besser und v.a. vollständig ablaufen können. In diesem Zusammenhang ist es auch vorteilhaft, wenn die 15 Druck- und Temperaturverhältnisse innerhalb der dazu herangezogenen Mischvorrichtung regelbar sind. Daraus ergibt sich, dass der für die Modifizierung notwendige Chemikalienverbrauch besser auf das zu behandelnde Gemisch abgestimmt wird, wodurch sich dieser auch erheblich reduziert, was aus ökonomischer Sicht von Vorteil ist.

Hinsichtlich der Optimierung des Verfahrens ist es günstig, wenn die Ausgangsprodukte gänzlich oder nahezu lösungsmittelfrei pressgemischt werden. Die nahezu lösungsmittelfreie Behandlung besteht in einer äußerst geringen Zudosierung von, vorzugsweise Wasser, um z.B. 20 Kohlenhydrate in einen hydratisierten Zustand zu bringen. Gemäß des vorliegenden erfindungsgemäßen Verfahrens kann dies auch ohne Beimengung von Wasser geschehen, da durch die Wirkungsweise der Pressplatte bzw. durch deren Ausübung eines definierten Druckes der natürliche Wassergehalt der Ausgangsprodukte zur Hydratisierung verwendbar ist. Beispielsweise ist dies bei einer Verarbeitung von Inulin besonders von Vorteil, da bei der Herstellung von hochveresterten Produkten typische Mengen an Wasser entstehen, welche für einen 25 günstigen Verlauf der Reaktion entfernt werden müssten. Gemäß der Erfindung ist dies nicht mehr notwendig, da auch bei Unterdruckverhältnissen gearbeitet werden kann. Dies schafft nicht nur die ökonomische Einsparung hinsichtlich eines Wasserverbrauchs, sondern reduziert 30 auch den Verbrauch von anderen chemischen Zusatzreagenzien, die zur Aufnahme der Ausgangsprodukte in wässrige Systeme bekannterweise erforderlich sind.

In diesem Zusammenhang ist es besonders zweckdienlich, wenn die Endprodukte nach ihrer physikalischen Modifizierung und/oder ihrer chemischen Derivatisierung mit einer Austragsvorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung, welche bereits oben ausgeführt ist und anhand der beiliegenden Zeichnung nachfolgend weiter erläutert wird, kontinuierlich ausgetragen wird. Die Wirkungsweise dieser Art von Austragung mittels der erfindungsgemäßen Austragsvorrichtung besteht in den Bedingungen, durch welche die Substanzen kontinuierlich, aber erfindungsgemäß in kontrollierter Form zwangsgefordert werden. Wenn die Ausgangsprodukte zu deren 35 Modifizierung mit einer erfindungsgemäß geringen Lösungsmittelzugabe bzw. Wasserzugabe pressgemischt werden, so kann insbesondere die für die Stärkeherstellung wichtige Expansion des Materials vollständig bzw. homogen und vor allem eine günstigere Beschaffenheit der plastifizierten Stärke herbeigeführt werden. Dies ist durch die langsame permanente Zwangsbewegung mittels der erfindungsgemäßen Austragsvorrichtung, in welcher ausreichende und 40 vor allem für die Expansion notwendige reduzierte Druckentlastung stattfinden kann, erreichbar. Falls wünschenswert, ist es auch möglich die modifizierten Endprodukte unter Schutzgasbedingungen auszutragen. Durch die vorliegende Erfindung kann das ebenfalls gemäß vorliegender Erfindung modifizierte Endprodukt konstant und vollständig aus dem Mischsystem in einer ganz 45 oder - falls erforderlich - nahezu vertriebsfertigen, vorzugsweise strangartigen, Beschaffenheit entnommen werden. Das fertige Endprodukt ist leicht handzuhaben, insbesondere weiter zerkleinerbar und/oder besser vermahlbar, was beispielsweise bei der Stärkeherstellung von Bedeutung ist.

Bei einer Herstellung bzw. Neusynthese von Kohlenhydraten, ausgehend von Mono- und/oder 50 Disacchariden und/oder ihren Zuckeralkoholen, ist es von Vorteil, wenn die benötigten Aus-

gangsprodukte, unter welchen auch Monomere und ihre Gemische fallen, mittels einer Pressplatte und einem Mischer unabhängig voneinander pressgemischt werden. Weiters ist es günstig, wenn im Anschluss daran die so behandelten Produkte mittels einer oben ausgeführten Austragsvorrichtung kontinuierlich ausgetragen werden.

5

Im Folgenden werden zur Klarheit der vorliegenden Erfindung einige Beispiele angeführt, welche in Beispiel 1 die Herstellung von Carboxymethylinulin, Beispiel 2 den Abbau von Guar-kernmehl und Beispiel 3 die Hydrophobierung von Kartoffelstärke zeigen.

10 *Beispiel 1*

Herstellung von Carboxymethylinulin

Die Mischkammer der Pressmischanlage wird auf 60°C temperiert. 2000 g Inulin ST (Fa. Orafti, BE) wird in die Mischkammer gefüllt. Es werden 719 g Natriummonochloracetat beigemengt, die Mischkammer geschlossen und die Pressplatte auf mittlere Stufe in Betrieb gesetzt. Der Inhalt der Mischkammer wird 5 Min. bei 150 U/min und einer Oszillationsfrequenz von 10 Hübe/Min. mit dem Mischer homogenisiert. Nach 5 Min. wird der Pressmischer abgestellt, der Deckel geöffnet und 50 g Natronlauge Mikroperlen dazugegeben. Bei ca. 30 U/min und Frequenz 10 wird über ein Ventil Stickstoff 60 Sekunden lang eingeblasen und über ein weiteres Ventil entlüftet. Nach dem Spülen mit Stickstoff werden die Ventile geschlossen. Die Drehzahl des Rührers wird auf 250 U/min und die Frequenz auf 15 Hüben/Min. angehoben und die Pressplatte auf höherer Stufe gefahren. Unter diesen Bedingungen wird der Inhalt der Mischkammer mechanothermisch behandelt. Während dieser Behandlung stieg die Temperatur im Behälter von 55°C auf 85°C. Nach Ablauf von 10 Min. wird die Drehzahl des Mixers auf 50 U/min reduziert und die Oszillation abgeschaltet. Durch die Austragsvorrichtung wird der Mischkammerinhalt kontinuierlich in Form eines Stranges ausgetragen. Der Produktstrang wird zerkleinert, vermahlen und analysiert. Es wird der Gehalt an Glykolsäure und an Natriummonochloracetat mittels HPLC ermittelt und die Reaktionseffizienz berechnet.

30

Bei theoretischem Substitutionsgrad von 0,5 wurde eine Reaktionseffizienz von 78% erreicht.

Beispiel 2

35 *Abbau von Guarkernmehl*

Die Mischkammer des Pressmischers wird auf 100°C temperiert. 2000 g konventionelles Guar-kernmehl wird in die Mischkammer gefüllt und soviel ml an entionisiertem Wasser hinzugegeben, dass die Trockensubstanz der Masse 55% beträgt. Die Mischkammer wird geschlossen und die Pressplatte auf hohe Betriebsstufe gestellt. Der Inhalt der Mischkammer wird über das Ventil entlüftet. Der Inhalt der Mischkammer wird bei 15 Hüben/min. mit dem Mischer homogenisiert. Die Drehzahl des Mixers wird so gehalten, dass in der Mischkammer eine konstante Temperatur gehalten wird. Unter diesen Bedingungen wird der Inhalt der Mischkammer mechanothermisch behandelt. Während dieser Behandlung steigt die Temperatur in der Kammer an und wird bei gewünschtem Niveau konstant gehalten. Unter diesen Bedingungen wird der Inhalt der Mischkammer unterschiedlich lange mechanothermisch behandelt. Nach Ende der mechanothermischen Behandlung wird die Pressplatte niedriger gefahren und die Drehzahl des Mixers auf ca. 50 U/min eingestellt. Durch die Austragsvorrichtung wird der Mischkammerinhalt kontinuierlich unter Extrusionsbedingungen in Form eines Stranges ausgetragen. Der Produktstrang wird zerkleinert, vermahlen und analysiert. Es wird die Viskosität einer 10%iger Lösung mit Brookfield RVT Viskosimeter mit der geeigneten Spindel bei 20°C und 50 U/min gemessen.

Beispiele	1	2	3	4
Temperatur	140°C	140°C	145°C	155°C
Verweilzeit	70 Min	210 Min	70 Min	150 Min

Viskosität 3220 mPas 120 mPas 1458 mPas 166 mPas

Beispiel 3

5 Hydrophobierung von Kartoffelstärke

Die Mischkammer des Pressmischers wird auf 100°C temperiert. 2000 g native Kartoffelstärke (Stärkina 20.000 von Agrana Zucker und Stärke AG, AT) und 50 g Natronlauge Mikroperlen werden in die Mischkammer gefüllt. Es werden 247 g Laurinsäure hinzugegeben, die Mischvorrichtung wird geschlossen und die Pressplatte in Betrieb gesetzt. Der Inhalt der Mischvorrichtung wird 5 Min. bei 150 U/min und Oszillationsfrequenz von 10 Hüben/Min. mit dem Mischer homogenisiert. Nach 5 Min. wird bei ca. 30 U/min und Frequenz 10 über ein Ventil Stickstoff 60 Sekunden lang eingeblasen und über das weitere Ventil entlüftet. Nach dem Spülen mit Stickstoff werden die Ventile geschlossen. Die Drehzahl des Mischers wird auf 250 U/min und die Frequenz auf 15 Hüben/min. angehoben und auch die Pressplatte wird auf hoher Stufe gefahren. Unter diesen Bedingungen wird der Inhalt der Mischkammer mechanothermisch behandelt. Während dieser Behandlung steigt die Temperatur im Behälter auf 140°C. Nach Ablauf von 10 Min. wird die Drehzahl des Mischers auf 50 U/min reduziert und die Oszillation abgeschaltet. Über die Austragsvorrichtung wird der Behälterinhalt kontinuierlich in Form eines Stranges ausgetragen. Der expandierte Produktstrang wird zerkleinert, vermahlen und analysiert. Es wird der Gehalt gebundener Laurinsäure ermittelt und die Reaktionseffizienz berechnet.

Bei theoretischem Substitutionsgrad von 0,1 wurde eine Reaktionseffizienz von 58% erreicht.

25 Weiters wird eine bevorzugte Ausführungsform hinsichtlich der Verwendung einer Mischvorrichtung mit einer Austragsvorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung anhand der beiliegenden Zeichnungen dargestellt.

30 Darin zeigen: Fig. 1 eine skizzierte Gesamtansicht der Erfindung mit Mischvorrichtung und Austragsvorrichtung; Fig. 2 eine Aufsicht auf die Austragsvorrichtung gemäß Fig. 1 von der Mischkammer aus gesehen; Fig. 3 eine Variante der Austragsvorrichtung aus Fig. 2; Fig. 4 eine Aufsicht auf die Austragsvorrichtung einer Ausführungsform der Erfindung; Fig. 5 ein Schnittbild der Anordnung gemäß Fig. 3 in der Austragsebene; Fig. 6 eine Detailansicht V der Fig. 5.

35 In Fig. 1 ist die Mischvorrichtung 1 mit Austragsvorrichtung 5 skizziert gezeigt, wobei im dargestellten Korpus 1' der Vorrichtung 1 die Mischkammer 2 mit dichtend geführter Pressplatte 3 und Mischer 4 zu sehen sind. Die Mischkammer 2 bzw. der Reaktionsbehälter besteht im Wesentlichen aus einem druckfesten Zylinder (üblicherweise bis zu 30 bar) mit beispielsweise 10 l Fassungsvermögen und erlaubt eine externe Temperierung, wie beispielsweise in Form einer Doppelwandheizung (nicht gezeigt). Der Mischer 4 ist axial verschiebbar und an der dargestellten Position nahe der Abdeckung 6 der Mischkammer 2 positioniert, wobei die Mischerwelle 4' durch die Platte 3 hindurchgeführt ist, während die Pressplatte 3 am Mischkammerboden gezeigt ist; d.h.: sich in Ausgangsposition bzw. Ruhestellung befindet. Weiters kann die Pressplatte 3 eine einfache Gleitringdichtung 3', z.B. aus gehärtetem Metall aufweisen. Als Mischer 4 ist beispielsweise ein Rührflügel eingesetzt, welcher mit wählbarer Drehzahl, Drehmoment und Oszillationsfrequenz rotieren und/oder oszillieren kann. Es sind beispielsweise (maximale) Drehzahlbereiche bis zu 350 U/Min, Drehmomäntbereiche bis zu 1500 Nm und Oszillationsfrequenzen bis zu 30 Hüben/min. erreichbar. Der axial bewegbare dichtend geführte Reaktorbo den bzw. die Pressplatte 3 kann das Reaktionsvolumen in der Mischkammer 2 während der Behandlung des Mischgutes verändern und auch einen entsprechenden Druck aufbringen, während der Mischer 4 eine optimale Homogenisierung herbeiführt. Die Austragsvorrichtung 5 in Form eines Extruders ist in der Abdeckung 6 integriert oder an diese angeschlossen (nur andeutungsweise dargestellt). Dabei ist der Einzugsteil 5' des Extruders in der Verlängerung der Mischerwelle 4' angeordnet. Die Extruderschnecke (nicht dargestellt) verläuft quer zur

Mischerwelle 4' in der Abdeckung 6 der Mischkammer 2. Der Austragsteil 7 der Austragsvorrichtung 5 ist parallel zum Einzugsteil 5' des Extruders angeordnet. Weiters zeigt Fig. 1 den Motor 12, welcher ein herkömmlicher Elektromotor zum Antrieb der Extruderschnecke 10 des Extruders sein kann und beispielsweise eine Leistung von etwa 5 kW erbringt.

- 5 In Fig. 2 ist eine Ansicht auf die Austragsvorrichtung 5 gemäß Fig. 1 dargestellt, wobei die Abdeckung 6 von der Mischkammer 2 aus zu sehen ist. Die Abdeckung 6 weist eine Öffnung 8 auf, welche im dargestellten Beispiel in einer ovalen Form ausgestaltet und außermittig angeordnet ist. Die Öffnung 8 stellt die Verbindung der Mischkammer 2 mit der Austragsvorrichtung 5 dar. Durch die Öffnung 8 ist eine Extruderschnecke 10 sichtbar, welche der eines herkömmlichen Einschnecken-Extruders entsprechen kann. Für einen effektiven Auspressvorgang bei der Mischung plastifizierter Stärke weist der Schneckengang 10' - gemäß Fig. 2 strichiert angedeutet - vorzugsweise einen Durchmesser von etwa 30 mm auf. Weiters sind in Fig. 2 drei Ventile 9, 9', 9" dargestellt, wobei hier beispielsweise Ventile mit 0,5 Zoll Durchmesser verwendet sind.
- 10 So ist es insbesondere für einen kontinuierlichen Betrieb der Anlage erforderlich, dass die Ventile 9 eine Beschickung der Mischkammer 2 von flüssigen, festen oder gasförmigen Stoffen unter konstantem Druck erlauben. Gemäß Fig. 2 ist auch ein Sicherheitsventil 9' vorgesehen, welches für eine Belüftung des Systems aktiviert werden kann. Das dritte Ventil 9" dient der Abfuhr von flüchtigen Nebenprodukten, die aus der Reaktion der zu behandelnden Polysaccharide entstehen, wie aggressive Gase, z.B. Chloride bzw. gasförmige Salzsäure. Weiters sind Druck- und/oder Temperatursensoren 11 dargestellt, mit welchen die Reaktionsbedingungen im Inneren der Mischkammer 2 erfasst werden können. Die Austragszone 7 des Extruders mit Auspressdüse 7' ist in der Verlängerung der Extruderschnecke 10 positioniert. Im linken Teil der Fig. 2 ist der Motor 12 in Axialrichtung der Extruderschnecke 10 angeordnet.
- 15 25 Die Fig. 3 zeigt eine Variante der Austragungsvorrichtung 5, wie in Fig. 2, wobei der Motor 12 des Extruders 5 senkrecht zur Achse der Extruderschnecke 10 angeordnet ist. Die Druck- und/oder Temperatursensoren 11 sind unterschiedlich von denen der Fig. 2 positioniert.

- 30 35 Fig. 4 zeigt ein Ausführungsbeispiel der Erfindung, wobei die Abdeckung 6 in Aufsicht von der Mischkammer 2 aus gesehen der Austragskanal 14' weiter transportiert, um dort dosiert entnommen zu werden. Das modifizierte Material kann auf diese Weise leichter einer weiteren Behandlung, wie einem Vermahlen oder Schneiden, unterzogen werden. Typischerweise weist der Austragsteil 7 einen Durchmesser von 2 bis 10 mm auf und hält einem Druck von etwa 30 bar stand.

Zu den angegebenen technischen Daten der Ausführungsformen sei anzumerken, dass sie sich auf Laborbedingungen beziehen; demgemäß sind diese für einen großtechnischen Einsatz der erfindungsgemäßen Vorrichtung im Verhältnis entsprechend anzupassen.

40

Patentansprüche:

1. Mischvorrichtung zur physikalischen Modifizierung und/oder chemischen Derivatisierung von hochmolekularen und/oder niedermolekularen Kohlenhydraten, Proteinen und/oder Mischungen hievon mit mindestens einem Mischer (4) und mindestens einer dichtend geführten Pressplatte (3) in einer mittels einer Abdeckung (6) dicht verschließbaren Mischkammer (2) und einer Austragsvorrichtung (5) mit einem Einzugsteil (5') und mit einem Austragsteil (7), *dadurch gekennzeichnet*, dass die Austragsvorrichtung (5) eine Zwangsförderung, wie eine Förderschnecke, vorzugsweise einen Einschnecken-Extruder, umfasst und an der Abdeckung (6) der Mischkammer (2) angeordnet ist.
2. Mischvorrichtung nach Anspruch 1, *dadurch gekennzeichnet*, dass die Abdeckung (6) mindestens eine, vorzugsweise schlitzartige, längliche Öffnung (8) aufweist.

55

3. Mischvorrichtung nach Anspruch 2, *dadurch gekennzeichnet*, dass die Öffnung (8) in der Abdeckung (6) außermittig angeordnet ist.
4. Mischvorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, *dadurch gekennzeichnet*, dass der Mischer (4) und die dichtend geführte Pressplatte (3) in Richtung der Abdeckung (6) verschiebbar ist.
5. Mischvorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, *dadurch gekennzeichnet*, dass die Abdeckung (6) der Mischkammer (2) mit Ventilen (9, 9', 9'') versehen ist.
10. Mischvorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, *dadurch gekennzeichnet*, dass Druck- bzw. Temperatursensoren (11) zur Kontrolle der Mischkammer (2), vorzugsweise an der der Mischkammer (2) zugewandten Unterseite der Abdeckung (6), vorgesehen sind.
15. 7. Mischvorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, *dadurch gekennzeichnet*, dass mindestens ein Austragsventil (14'') am Austragsteil (7) der Austragsvorrichtung (5) vorgesehen ist.
20. 8. Mischvorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 7, *dadurch gekennzeichnet*, dass die Pressplatte (3) Gleitringdichtungen (3'), vorzugsweise aus gehärtetem Metall, aufweist.
25. 9. Verwendung einer Mischvorrichtung umfassend eine Mischkammer (2) mit einem bewegbaren Mischer (4) und einer dichtend geführten Pressplatte (3) und einer Austragsvorrichtung (5) nach einem der Ansprüche 1 bis 8, zur physikalischen Modifizierung und/oder chemischen Derivatisierung von hochmolekularen und/oder niedermolekularen Kohlenhydraten, Proteinen und/oder Mischungen hiervon.
30. 10. Verwendung einer Mischvorrichtung nach Anspruch 9, *dadurch gekennzeichnet*, dass die hochmolekularen Kohlenhydrate native Stärke und/oder abgebaute und/oder chemisch und/oder physikalisch-modifizierte Derivate daraus umfassen.
11. Verwendung einer Mischvorrichtung nach Anspruch 10, *dadurch gekennzeichnet*, dass native Stärke aus Mais, Kartoffel, Getreide, Reis, Amaranth, sowie Maniok ausgewählt ist.
35. 12. Verwendung einer Mischvorrichtung nach Anspruch 9 oder 10, *dadurch gekennzeichnet*, dass die hochmolekularen Kohlenhydrate Inulin, Oligofructose, Galaktomannane wie Guar, Johannisbrotkernmehl, Cassia, Tara Gummi und andere Hydrokolloide umfassen.
13. Verwendung einer Mischvorrichtung nach Anspruch 9 oder 10 zum Abbau hochmolekularer Kohlenhydrate, wie Galaktomannane, insbesondere Guar.
40. 14. Verwendung einer Mischvorrichtung nach Anspruch 9, *dadurch gekennzeichnet*, dass niedermolekulare Kohlenhydrate, wie Zucker und Zuckeralkohole, verwendet werden.
45. 15. Verwendung einer Mischvorrichtung nach Anspruch 14, *dadurch gekennzeichnet*, dass Zucker, ausgewählt aus Saccharose, Maltose, Fruktose, sowie Glucose und Palatinose®, verwendet werden.
50. 16. Verwendung einer Mischvorrichtung nach Anspruch 14, *dadurch gekennzeichnet*, dass hydrierte Derivate, wie z.B. Palatinit®, Sorbit, Mannit, Xylit, Maltit, Lactit oder dergleichen verwendet werden.
55. 17. Verwendung einer Mischvorrichtung nach einem der Ansprüche 9 bis 16 zur Herstellung von Kohlenhydraten ausgehend von Mono- und/oder Disacchariden und/oder ihren Zuckeralkohole.

18. Verfahren zur physikalischen Modifizierung und/oder chemischen Derivatisierung von hochmolekularen und/oder niedermolekularen Kohlenhydraten, Proteinen und/oder Mischungen hiervon, *dadurch gekennzeichnet*, dass das Ausgangsprodukt mittels einer Mischvorrichtung umfassend eine Mischkammer (2) mit einer Pressplatte (3) und einem Mischer (4) pressgemischt wird, wobei die Führung der Pressplatte (3) und des Mischers (4) voneinander entkoppelt erfolgt.
- 5 19. Verfahren nach Anspruch 18, *dadurch gekennzeichnet*, dass das Ausgangsprodukt gänzlich oder nahezu lösungsmittelfrei pressgemischt wird.
- 10 20. Verfahren nach Anspruch 18 oder 19, *dadurch gekennzeichnet*, dass das Ausgangsprodukt nach seiner physikalischen Modifizierung und/oder chemischen Derivatisierung mit einer Austragsvorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 8 kontinuierlich ausgetragen wird.
- 15 21. Verfahren zur Herstellung von Kohlenhydraten ausgehend von Mono- und/oder Disacchariden und/oder ihrer Zuckerkohole, *dadurch gekennzeichnet*, dass die Kohlenhydrate nach Verfahrensschritten nach einem der Ansprüche 18 bis 20 hergestellt werden.
- 20 22. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 bis 20 zur Herstellung von Verbundmaterialien bzw. Verbundwerkstoffen.
- 25 23. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 bis 20 zur Herstellung von Kosmetik-, Lebensmittel-, Papier-, Pharmaprodukten oder dergleichen.

Hiezu 6 Blatt Zeichnungen

30

35

40

45

50

55

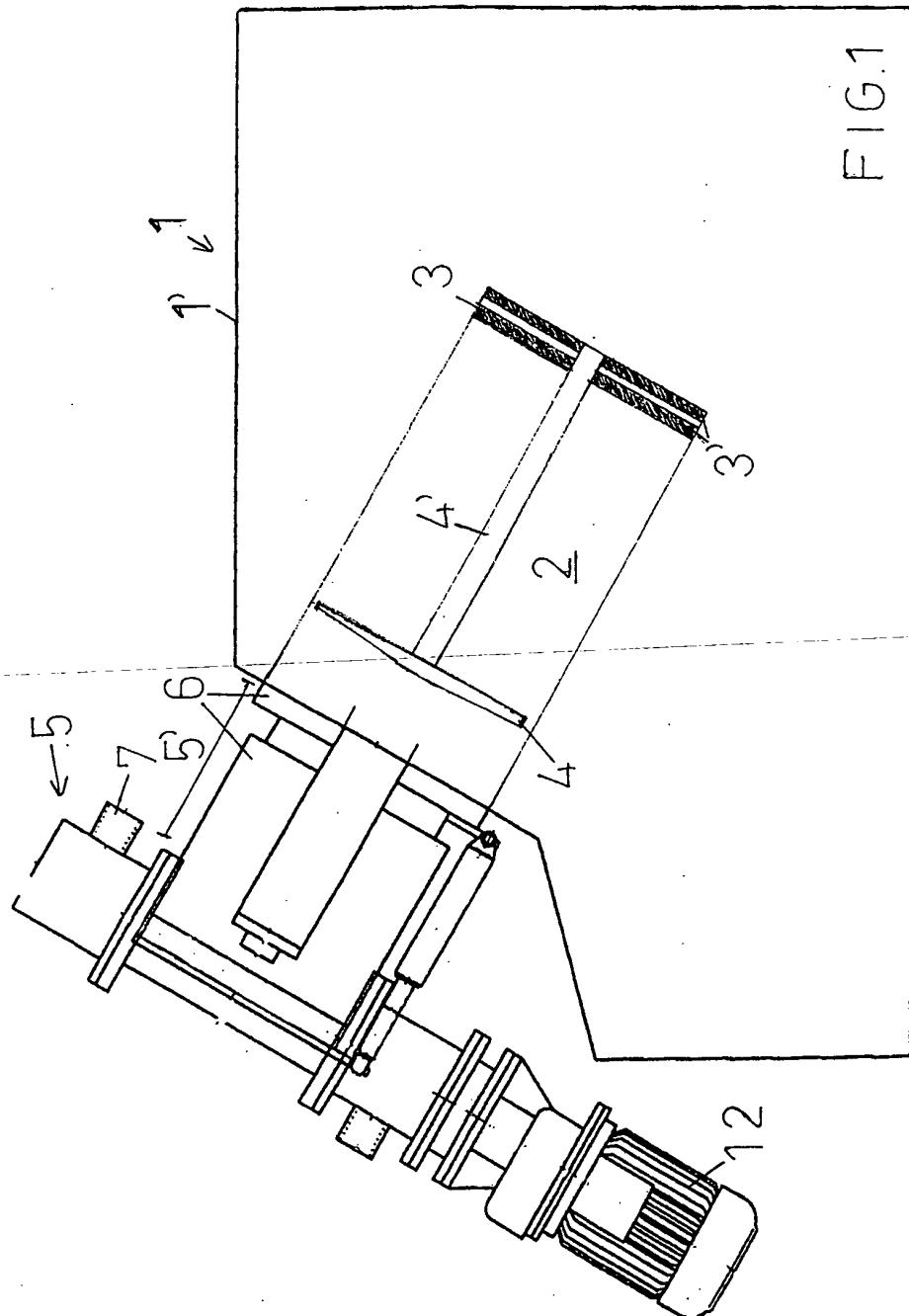
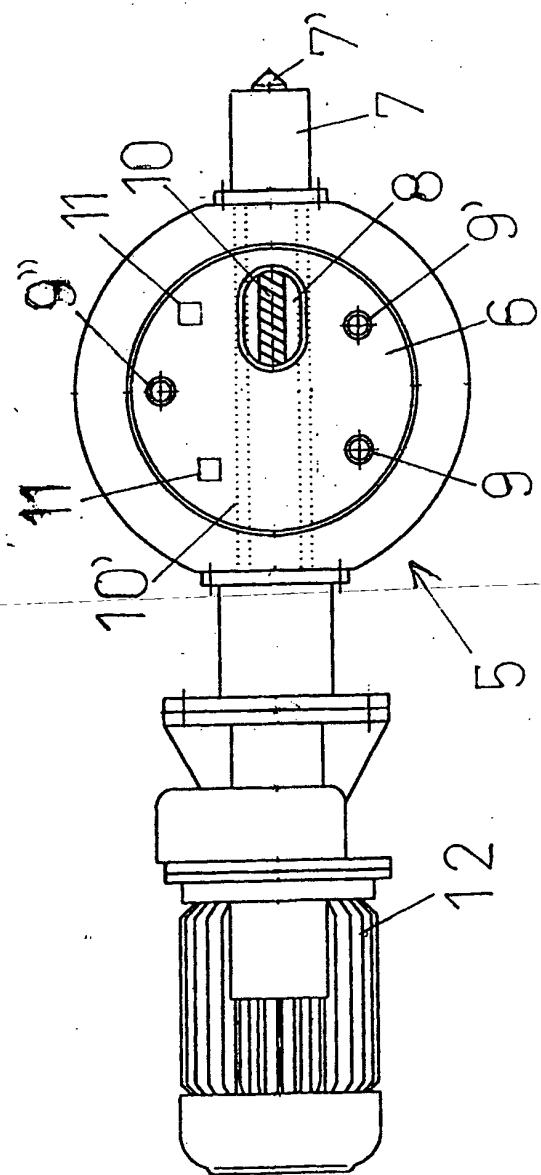
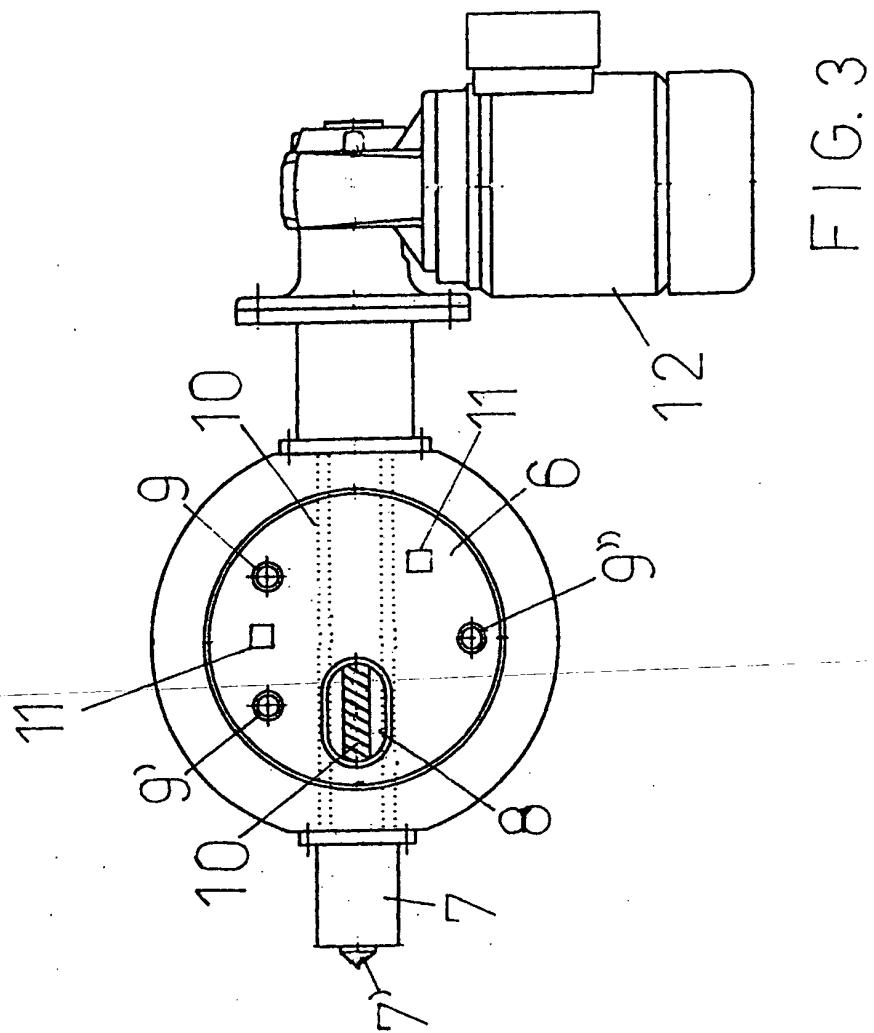




FIG. 2





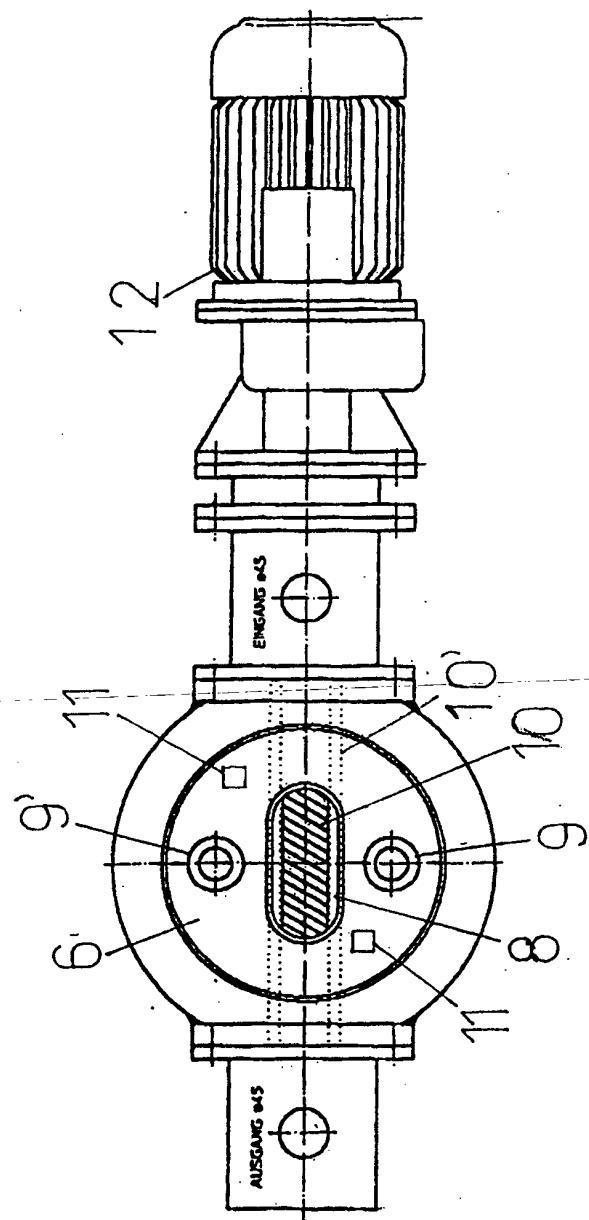
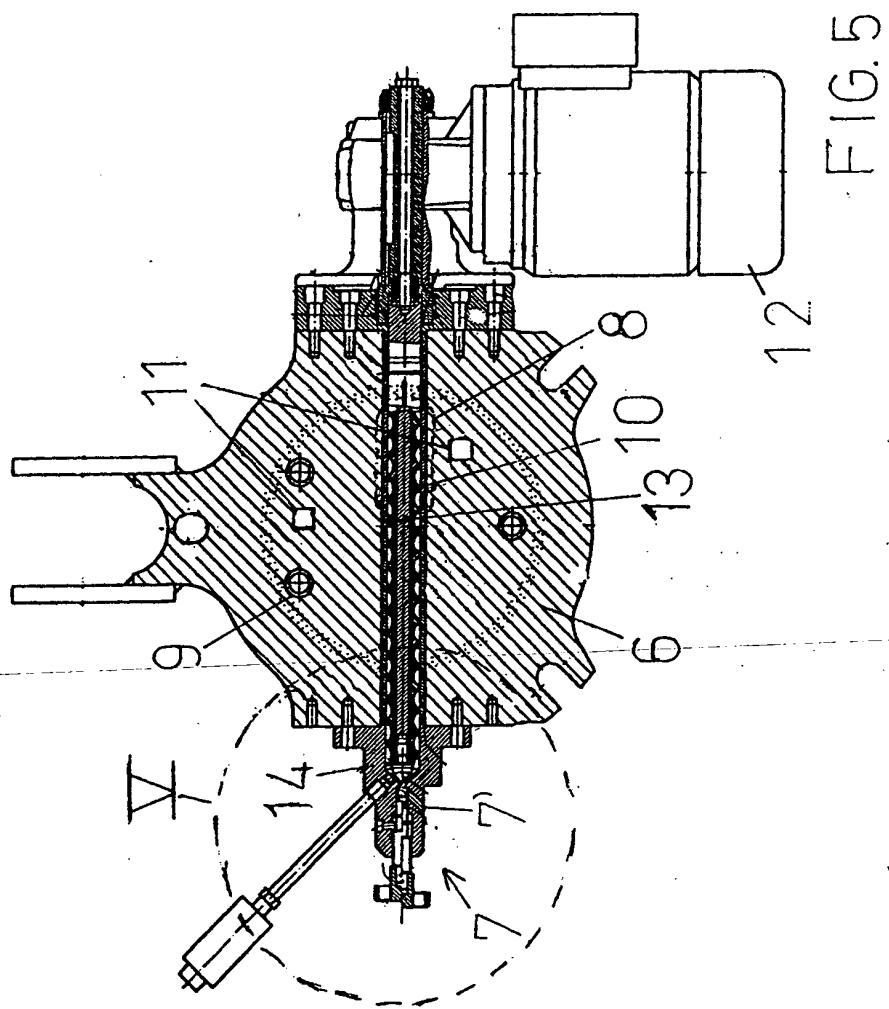


FIG. 4



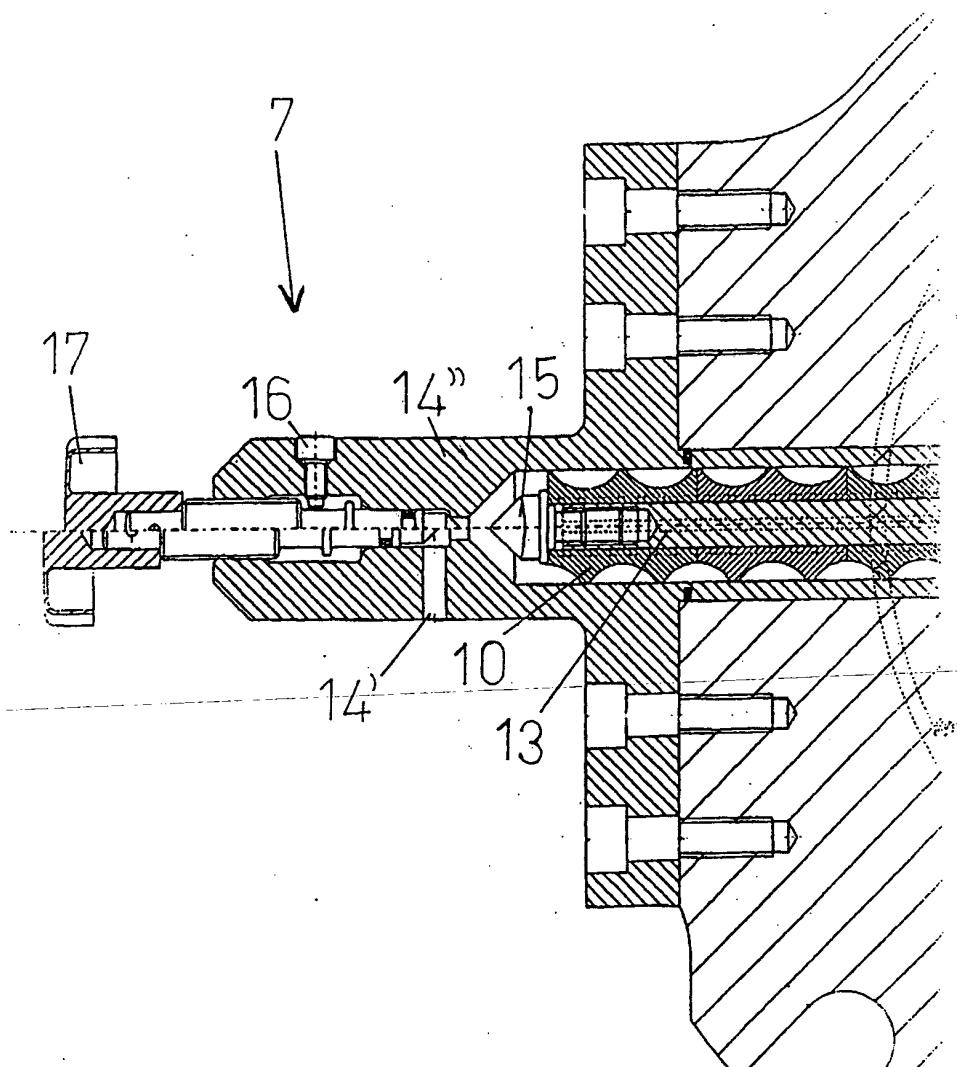


FIG. 6