

(19)



Евразийское
патентное
ведомство

(11) 015765

(13) B1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2011.12.30

(21) Номер заявки
200870506

(22) Дата подачи заявки
2007.05.03

(51) Int. Cl. C07H 3/04 (2006.01)

(54) КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ ИЗОМАЛЬТУЛОЗА С УЛУЧШЕННОЙ ТЕКУЧЕСТЬЮ И СПОСОБ ЕЕ ПОЛУЧЕНИЯ

(31) 10 2006 022 506.6

(32) 2006.05.08

(33) DE

(43) 2009.04.28

(86) PCT/EP2007/003883

(87) WO 2007/128483 2007.11.15

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
ЗЮДЦУКЕР
АКЦИЕНГЕЗЕЛЛЬШАФТ
МАННХАЙМ/ОКЗЕНФУРТ (DE)

(56) EP-A-1550666
DE-A1-19943491
JP-A-60204709
DE-A1-102004052800

(72) Изобретатель:
Ковальчик Йорг, Бернхард Йорг, Дерр
Тильманн (DE)

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

(57) Изобретение относится к кристаллическому продукту на основе изомальтулозы, который как сыпучий материал имеет улучшенные реологические свойства и не склонен к уплотнению со временем, к способу получения этого продукта, а также к новому применению изомальтулозы.

015765 B1

015765 B1

015765

B1

Изобретение относится к кристаллическому продукту на основе изомальтулозы, который как сыпучий материал имеет улучшенные реологические свойства и не склонен к уплотнению с течением времени, к способу получения этого продукта, а также к новому применению изомальтулозы.

Уровень техники

Изомальтулоза (называемая также палатинозой®) является дисахаридом с α -1,6-глюкозным связыванием глюкозы и фруктозы (6-O- α -D-глюкопиранозилфруктофураноза). Изомальтулоза применяется в пищевой и фармацевтической промышленности в качестве подсластителя, носителя и/или наполнителя. Важной областью применения изомальтулозы является замена сахарозы. Изомальтулоза, как и сахароза или другие сахарозаменители, часто хранится и перерабатывается в кристаллической форме как нефасованный сыпучий материал. Кристаллическая изомальтулоза должна иметь как можно лучшие устойчивость при хранении и реологические свойства, какие имеют другие сахарозаменители, чтобы ее можно было подавать в подходящие и приспособленные для таких веществ перерабатывающие установки без необходимости больших технологических приспособлений или конструкционных изменений в установках.

В отличие от других кристаллических сахарозаменителей изомальтулоза малогигроскопична, поэтому следует ожидать высокой стабильности при хранении. Однако неожиданно оказалось, что изомальтулоза обнаруживает отрицательный эффект так называемого "уплотнения со временем". При этом явлении кристаллы изомальтулозы "спекаются" друг с другом в комки или агломераты. Такие комки или агломераты препятствуют текучести продукта при переработке. Например, изомальтулоза хранится в мешках или так называемых "большегрузных упаковках", и содержимое мешков подается на установки для механизированной обработки через загрузочную воронку или навалом. Образующиеся агломераты затрудняют опорожнение мешков и мешают вхождению сыпучего материала в загрузочную воронку. Поэтому, как правило, необходимы дополнительные этапы механической обработки, чтобы провести находившуюся на хранении и агломерированную изомальтулозу на механическую обработку.

Альтернативно, изомальтулозу хранят в бункерах для сыпучих материалов. Там также со временем происходит уплотнение. Так в бункерах с потоком в середине изомальтулоза склонна к образованию каналов. Хранение изомальтулозы в бункерах довольно затруднительно и для определенных типов бункеров нецелесообразно. При хранении в бункерах должны приниматься дополнительные меры, такие как периодическое переворачивание в бункерах.

Систематические исследования показывают, что сплошное уплотнение встречается уже при коротком сроке хранения, примерно 48 ч. Кроме того, оказывается, что дальнейшее увеличение срока хранения еще на несколько дней (например, 240 ч) только незначительно повышает начальную степень уплотнения. По сравнению с другими насыпными материалами, которые, как известно, также склонны к уплотнению со временем, у изомальтулозы уплотнение начинается очень быстро, что невыгодно. Кроме того, уплотнение изомальтулозы со временем, по существу, не зависит от обычного влагосодержания находящейся на хранении изомальтулозы и от обычных условий хранения. Плохо то, что содержание влаги и условия хранения не оказывают достаточного влияния на уплотнение со временем и текучесть изомальтулозы. Неизвестно о каких-то обычно используемых условиях хранения, при которых нежелательное уплотнение со временем уменьшалось бы в достаточной степени.

Существует потребность в получении кристаллической изомальтулозы как сыпучего материала в текучей и пригодной для хранения в бункере форме без того, чтобы при хранении со временем наступало невыгодное уплотнение.

Чтобы сохранить текучесть сыпучих материалов для хранения и обработки, в области продуктов питания и в фармацевтике, как правило, добавляют так называемое "средство от спекания" или "вещество, способствующее сыпучести" (средство, предотвращающее слеживаемость). Известными вспомогательными веществами, способствующими сыпучести, являются силикаты, алюмосиликаты, полисилоксаны, фосфаты, гидрокарбонат натрия или крахмальная пудра. Недостатком этих вспомогательных веществ является то, что они загрязняют исходный продукт и/или имеют химические свойства, которые при обработке продукта изменяют его к худшему. Кроме того, такие вспомогательные вещества требуются декларировать в готовом продукте питания или фармацевтическом продукте.

Постановка задачи

Исходя из уровня техники, техническая задача, стоящая в основе настоящего изобретения, состоит главным образом в том, чтобы предоставить текучую кристаллическую изомальтулозу, которая без добавления примесей и вспомогательных веществ, таких как средства от спекания и вещества, препятствующие слеживаемости, при хранении сохраняет свою текучесть и не обнаруживает никакой тенденции к уплотнению со временем.

Кроме того, стоит техническая проблема предоставить улучшенный агент от спекания или вещество, способствующее сыпучести, которое сохраняет и улучшает текучесть кристаллической изомальтулозы и аналогичных продуктов и уменьшает или подавляет склонность к уплотнению со временем.

Стоящая в основе техническая проблема решена согласно изобретению путем создания продукта на основе изомальтулозы, кристаллической изомальтулозы или композиции, содержащей изомальтулозу, которые содержат по меньшей мере от 1 до максимум 20 вес.% (в расчете на полное содержание сухих

веществ в продукте) тонкодисперсной изомальтулозы, то есть мелкой фракции изомальтулозы с размером зерна менее 100 мкм, в частности менее 50 мкм. Предпочтительно композиция, содержащая изомальтулозу, состоит исключительно из изомальтулозы.

Таким образом, изобретение состоит в том, чтобы в известной кристаллической изомальтулозе, какую предпочтительно можно получить известным способом путем изомеризации из сахарозы и кристаллизацией, предусмотреть определенную долю тонкодисперсной изомальтулозы. Под "кристаллической изомальтулозой" понимается порошкообразный гранулярный сыпучий материал из изомальтулозы. Обычная кристаллическая изомальтулоза имеет кристаллы с размером зерна от примерно 0,2 до 0,6 мм. Под "тонкодисперсной изомальтулозой" или "мелкой фракцией изомальтулозы" в настоящем случае понимается кристаллическая изомальтулоза в форме порошка или пудры, которая имеет размер зерна менее 100 мкм, в частности менее 50 мкм. Это означает, в частности, что тонкодисперсная изомальтулоза имеет определенное гранулометрическое распределение. Согласно гранулометрическому распределению, измеренному методом лазерной дифракции (прибор Malvern Mastersizer 2000®) при сухом диспергировании на воздухе при давлении диспергирования 0,6 бар, тонкодисперсная изомальтулоза, применяемая согласно изобретению, имеет предпочтительно следующие остаточные суммы: 5% (d05) = примерно 44 мкм, 50% (d50) = примерно 15 мкм, 95% (d95) = примерно 1 мкм (процентные доли относятся к объемным процентам). Это означает, что только 5 об.% всего объема частиц имеют размер больше чем примерно 44 мкм. Таким образом, основная часть тонкодисперсной изомальтулозы, то есть более 95 об.%, имеет предпочтительно размер зерна меньше примерно 44 мкм; прежде всего, тонкодисперсная изомальтулоза имеет размер зерна всегда меньше 100 мкм, в частности меньше 50 мкм. При этом зерна с размером 100 мкм или больше, как правило, не встречаются; их доля пренебрежимо мала, в частности составляет менее 1 об.%, предпочтительно менее 0,5 об.%.

Неожиданно оказалось, что предусматриваемая согласно изобретению мелкая фракция изомальтулозы действует в продукте так, что продукт на основе изомальтулозы, то есть кристаллическая изомальтулоза или композиция, содержащая изомальтулозу, при хранении больше не имеет склонности к невыгодному уплотнению при хранении и длительное время сохраняет свою текучесть. Неожиданно оказалось, что выгодный эффект сильно выражен уже при содержании мелкой фракции изомальтулозы примерно 1 вес.% от всего продукта. Выгодный эффект максимален при доле мелкой фракции примерно 5 вес.%. При содержании мелкой фракции выше примерно 20 вес.% выгодный эффект становится настолько незначительным, что стоящую в основе техническую проблему больше нельзя решить в достаточной степени. Предпочтительно мелкая фракция изомальтулозы составляет от 1 до 10 вес.%; особенно предпочтительно мелкая фракция изомальтулозы составляет от 1 до 5 вес.% (в расчете на полное содержание сухих веществ). Особенно предпочтительно мелкая фракция изомальтулозы составляет от 1 до 4 вес.%. Особенно предпочтительно мелкая фракция изомальтулозы составляет от 1 до 3 вес.%. Особенно предпочтительно мелкая фракция изомальтулозы составляет от 1 до 2 вес.%. Особенно предпочтительно мелкая фракция изомальтулозы составляет примерно 1 вес.%.

В предпочтительной форме реализации кристаллическая изомальтулоза в продукте по изобретению на основе изомальтулозы имеет без мелкой фракции по изобретению размер кристалла примерно от 0,2 до примерно 0,6 мм, предпочтительно от примерно 0,3 до примерно 0,45 мм. Это соответствует распределению кристаллов по размеру для кристаллической изомальтулозы, получаемой известным способом изомеризацией сахарозы и кристаллизацией.

Одной предпочтительной реализацией изобретения является кристаллическая изомальтулоза, которая включает от 1 до 5 вес.% (в расчете на полное содержание сухих веществ) мелкой фракции изомальтулозы с размером зерна менее 100 мкм, в частности менее 50 мкм, и от 99 до 95 вес.% (в расчете на полное содержание сухих веществ) кристаллической изомальтулозы с размером кристалла от примерно 0,3 до примерно 0,45 мм или предпочтительно состоит из них.

Предпочтительно продукт на основе изомальтулозы согласно изобретению является чистой изомальтулозой. Подразумевается, что в продукте по изобретению на основе изомальтулозы для дальнейшего улучшения пригодности к переработке дополнительно могут добавляться другие известные вспомогательные вещества, такие как средство от спекания или вещества, препятствующие слеживанию.

В соответствии с этим, следующим объектом изобретения является также способ получения текучей кристаллической изомальтулозы, предпочтительно чистой, которая, в частности, не имеет склонности к уплотнению со временем. Способ по изобретению отличается тем, что кристаллическую изомальтулозу, полученную предпочтительно обычным способом, с размером кристаллов от примерно 0,2 до примерно 0,6 мм, предпочтительно от примерно 0,3 до примерно 0,45 мм соединяют, то есть смешивают, с фракцией тонкодисперсной изомальтулозы, составляющей согласно изобретению от 1 до 20 вес.%, предпочтительно от 1 до 10 вес.%, особенно предпочтительно от 1 до 5 вес.%, еще более предпочтительно от 1 до 4 вес.%, от 1 до 3 вес.%, от 1 до 2 вес.%, 1 вес.% (в расчете на полное содержание сухих веществ), и таким образом получают текучий, устойчивый при длительном хранении кристаллический продукт на основе изомальтулозы. Смешение происходит предпочтительно при интенсивном перемешивании. Смешение проводится при получении фракции кристаллической изомальтулозы или непосредственно перед засыпкой или хранением. В следующей предпочтительной форме реализации технологиче-

ские параметры выбираются так или принимаются такие дальнейшие меры, чтобы предусмотренная согласно изобретению мелкая фракция в продукте на основе изомальтулозы образовывалась при получении фракции кристаллической изомальтулозы или уже была образована в продукте.

В любом случае предпочтительно получают чистый изомальтулозный продукт, который, если не учитывать обычные примеси, состоит только из изомальтулозы.

Следующим объектом изобретения является также текучая и стабильная при хранении смесь, содержащая изомальтулозу, которая включает мелкую фракцию изомальтулозы по изобретению. При этом речь идет, в частности, о комбинации изомальтулозы по меньшей мере с одним другим углеводом, в частности фруктозой, глюкозой, сахарозой, трегалулозой, изомальтозой, изомелизитозой, олигосахаридами со степенью полимеризации 3 или 4, предпочтительно инулином и/или олигофруктозой, или углеводными спиртами, в частности маннитом, сорбитом, ксилитом, изомальтом или их смесями. В одном предпочтительном варианте смесь содержит изомальтулозу и фруктозу или состоит из них, в следующем предпочтительном варианте смесь содержит изомальтулозу и глюкозу или состоит из них, в следующем предпочтительном варианте смесь содержит изомальтулозу и сахарозу или состоит из них, в следующем предпочтительном варианте смесь содержит изомальтулозу и трегалулозу или состоит из них, в следующем предпочтительном варианте смесь содержит изомальтулозу и изомальтозу или состоит из них, в следующем предпочтительном варианте смесь содержит изомальтулозу и изомелизитозу или состоит из них, в следующем предпочтительном варианте смесь содержит изомальтулозу и олигосахарид со степенью полимеризации 3, 4 или более или состоит из них.

Кроме того, было обнаружено, что тонкодисперсная изомальтулоза может использоваться также с другими близкими, в частности кристаллическими, сыпучими материалами для улучшения текучести и для предотвращения уплотнения со временем. Так оказалось, что мелкая фракция изомальтулозы по изобретению улучшает пригодность для обработки или текучесть кристаллических продуктов, таких как сахароза, глюкоза, фруктоза, изомальт, а также других твердых порошкообразных моно-, ди-, олиго-, полисахаридов и -сахаридных спиртов, и в известных случаях подавляет или препятствует их стремлению к уплотнению со временем.

Поэтому следующим объектом изобретения является также применение тонкодисперсной изомальтулозы как вещества, способствующего сыпучести, в сыпучем материале. Следующим объектом изобретения является применение тонкодисперсной изомальтулозы как средства от спекания в сыпучем материале. Согласно изобретению, мелкая фракция изомальтулозы используется, чтобы улучшить текучесть сыпучих материалов, прежде всего для механизированной обработки, и/или чтобы сохранить ее, в частности, при хранении. Предпочтительно тонкодисперсная изомальтулоза добавляется к сыпучему материалу как вещество, способствующее сыпучести, или как средство от спекания в содержании от 1 до 20 вес.%, предпочтительно от 1 до 10 вес.%, особенно предпочтительно от 1 до 5 вес.%, еще более предпочтительно от 1 до 4 вес.%, от 1 до 3 вес.%, от 1 до 2 вес.% или примерно 1 вес.% (в расчете на полное содержание сухих веществ).

Изобретение поясняется более подробно на следующих примерах, которые не следует рассматривать как ограничивающие.

Пример осуществления изобретения

Испытание изомальтулозы на хранение.

Исследовалось сырье изомальтулозы из текущего производства для применения в пищевой промышленности. Для этого пробы аликвотировались и все выдерживались сначала 12 ч в сушильном шкафу при 60°C в вакууме. Сразу после этого определялось содержание воды и активность воды (значение a_w) в пробах. Эти значения служили контрольным значением (нулевая проба).

Были выбраны следующие условия хранения:

температура хранения: 30°C,

относительная влажность 45% или относительная влажность 60%,

длительность хранения: 3 недели,

хранение без механической нагрузки (нагрузка только собственным весом пробы),

хранение под дополнительной механической нагрузкой:

нагрузка 10 кг на круглую поверхность диаметром 10 см; примерно 125 МПа.

а) Сравнительный эксперимент.

Результаты испытаний на хранение представлены в табл. 1. Результаты показывают, что после 3 недель хранения не было установлено никакой существенной разницы по сравнению с нулевой пробой в отношении содержания воды и активности воды. Изомальтулоза негигроскопична. Однако неожиданно в кристаллической изомальтулозе произошло образование комков и уплотнений.

Таблица 1

Условия хранения (отн. влажность)	Содержание воды (%)	Активность воды (значение a_w)	Состояние пробы
нулевая проба	5,32	0,41	Проба полностью сыпучая, комков нет
45; без нагрузки	5,33	0,43	Уже через несколько дней начинается образование комков
45; с нагрузкой	5,39	0,41	Уже через несколько дней начинается образование комков; эффект под нагрузкой сильнее, чем без нагрузки
60; без нагрузки	5,44	0,44	Образование комков
60; с нагрузкой	5,35	0,48	Сильное образование комков; эффект под нагрузкой сильнее, чем без нагрузки

б) Изомальтулоза с 5 вес.% мелкой фракции (согласно изобретению).

В следующей серии опытов изомальтулозу, взятую с действующего производства, соединяли и хорошо перемешивали с 5 вес.% (в расчете на полное содержание сухих веществ) тонкодисперсной изомальтулозы с размером зерна менее 100 мкм.

Тонкодисперсная изомальтулоза имела следующий гранулометрический состав:

5 об.% (d05): 44 мкм,

50 об.% (d50): 15 мкм,

95 об.% (d95): 1 мкм (метод лазерной дифракции; анализатор размеров частиц Malvern Mastersizer 2000®; сухое диспергирование на воздухе; давление диспергирования 0,6 бар).

Затем пробы аликвотировали, определяли нулевую пробу и хранили, как описано выше (см. а), в течение 3 недель. Результаты представлены в табл. 2. Через полные 3 недели хранения в сыпучем материале не было установлено никакого достойного упоминания комкования или затвердения. Также и при нагрузке пробы по-прежнему обнаруживали хорошие реологические свойства. Случайно образованные маленькие комочки разваливались без усилий.

Таблица 2

Условия хранения (отн. влажность)	Содержание воды (%)	Активность воды (значение a_w)	Состояние пробы
нулевая проба	5,25	0,27	Проба полностью текучая, комков нет
45; без нагрузки	5,15	0,39	Проба хорошо течет, комки не образуются
45; с нагрузкой	-	-	Проба хорошо течет, маленькие имеющиеся комки сразу распадаются
60; без нагрузки	5,15	0,45	Проба хорошо течет, комков нет
60; с нагрузкой	-	-	Проба хорошо течет, маленькие имеющиеся комки сразу распадаются

с) Изомальтулоза с содержанием мелкой фракции 20 вес.% (согласно изобретению).

В следующей серии опытов изомальтулозу, взятую с действующего производства, соединяли и хорошо перемешивали с 20 вес.% (в расчете на полное содержание сухих веществ) тонкодисперсной изо-

мальтулозы с размером зерна менее 100 мкм (см. б). Затем пробы аликвотировали, определяли нулевую пробу и выдерживали, как описано выше, в течение 3 недель.

Результаты представлены в табл. 3. При добавлении 20 вес.% тонкодисперсной изомальтулозы также были констатированы еще хорошие реологические свойства. Образовавшиеся маленькие комочки разваливались без усилий. Кристаллическая изомальтулоза в этой форме является хорошо сыпучей. Однако ее сыпучесть меньше, чем при добавлении всего 5 вес.% тонкодисперсной изомальтулозы (см. б).

Таблица 3

Условия хранения (отн. влажность)	Содержание воды (%)	Активность воды (значение a_w)	Состояние пробы
нулевая проба	5,16	0,19	Проба полностью текучая, комков нет
45; без нагрузки	5,19	0,39	Проба хорошо течет, комки не образуются
45; с нагрузкой	—	—	Проба хорошо течет, маленькие имеющиеся комочки сразу распадаются
60; без нагрузки	5,19	0,46	Проба хорошо течет, комков нет; впечатление влажности
60; с нагрузкой	—	—	Проба хорошо течет, маленькие имеющиеся комочки сразу распадаются; впечатление влажности

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Кристаллическая изомальтулоза с улучшенной текучестью, содержащая от 1 до 20 вес.% (в расчете на полное содержание сухих веществ) тонкодисперсной изомальтулозы с размером зерна менее 100 мкм, причем не относящаяся к тонкодисперсной кристаллическая фракция имеет размер кристалла от 0,2 до 0,6 мм.

2. Кристаллическая изомальтулоза по п.1, содержащая от 1 до 10 вес.% (в расчете на полное содержание сухих веществ) тонкодисперсной изомальтулозы.

3. Кристаллическая изомальтулоза по п.1 или 2, содержащая от 1 до 5 вес.% (в расчете на полное содержание сухих веществ) тонкодисперсной изомальтулозы.

4. Кристаллическая изомальтулоза по п.1, причем не относящаяся к тонкодисперсной кристаллическая часть имеет размер кристалла от 0,3 до 0,45 мм.

5. Изомальтулоза с улучшенной текучестью, состоящая из от 1 до 5 вес.% (в расчете на полное содержание сухих веществ) тонкодисперсной с размером зерна менее 100 мкм и от 99 до 95 вес.% (в расчете на полное содержание сухих веществ) кристаллической фракции с размером кристалла от 0,3 до 0,45 мм.

6. Способ получения текучей кристаллической изомальтулозы по любому из пп.1-5, при котором фракцию кристаллической изомальтулозы с размером кристалла от 0,2 до 0,6 мм смешивают с от 1 до 20 вес.% (в расчете на полное содержание сухих веществ) тонкодисперсной изомальтулозой с размером зерна менее 100 мкм.

7. Применение тонкодисперсной изомальтулозы по любому из пп.1-5 с размером зерна менее 100 мкм для улучшения и/или сохранения текучести кристаллического сыпучего материала, выбранного из порошкообразных моно-, ди-, олиго-, полисахаридов и -сахаридных спиртов, причем тонкодисперсную изомальтулозу добавляют в сыпучий материал в количестве от 1 до 20 вес.% (в расчете на полное содержание сухих веществ) и не относящаяся к тонкодисперсной кристаллическая часть имеет размер кристалла от 0,2 до 0,6 мм.



Евразийская патентная организация, ЕАПВ

Россия, 109012, Москва, Малый Черкасский пер., 2