



ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL

SZABADALMI LEÍRÁS

176497

Bejelentés napja: 1977. IX. 30.

(CE—1141)

Elsőbbsége: Amerikai Egyesült Államok: 1976. X. 4.
(729,325)

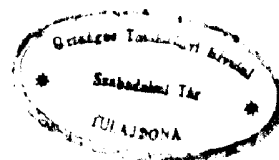
Közzététel napja: 1980. IX. 27.

Megjelent: 1981. IX. 30.

Nemzetközi osztályozás:

C 07 H 3/02

C 13 K 1/10



Feltalálók:

Mise Yoshinari vegyész, Tokió,
Tomimura Eiyrő vegyész, Tokió, Japán

Szabadalmas:

CPC International, Inc., Englewood
Cliffs, New Jersey,
Amerikai Egyesült Államok

Eljárás vízmentes porított dextróz előállítására

1

A találmány tárgya eljárás legalább 85 % vízmentes β -dextrózt tartalmazó vízmentes porított mikrokristályos dextróz előállítására vizes dextróz-oldatokból.

Ismeretes, hogy háromféle típusú dextróz-kristály létezik, vízmentes α -dextróz kristály, α -dextróz monohidráttal kristály és vízmentes β -dextróz kristály. Ezek közül a vízmentes β -dextróz az α -dextróz monohidráttal és a vízmentes α -dextrózzal szemben a következő előnyökkel rendelkezik: gyorsabb oldódási sebesség, jobb oldhatóság hideg vízben és kisebb hajlandóság az összeállásra oldás közben. A vízmentes β -dextróznak az is további előnye a dextróz monohidráttal szemben, hogy a nedvességtartalom problémájának elkerülésére alkalmazható, mivel a dextróz monohidrátnak körülbelül 9% nedvességtartalma van kristályvíz formájában.

A dextróz kristályosítására használt módszereket felosztjuk forralásos módszerre, ahol mérsékelt fokú túltelítés körülményei között keletkeznek a kristályok, és a kristályokat centrifugálással választják el a keletkezett zagyától, és az össz-cukor módszerre, ahol elválasztás nem történik, és termékként az összes szilárd anyagot kinyerik a cukoroldatból.

A forralásos módszer nagyon tiszta terméket eredményez, de a berendezések nagy beruházási költségei, az alacsony hozam a nagy időszükséglet stb. miatt az előállítás költségei meglehetősen nagyok. Másrészt az össz-cukor módszerben préselési és örlési műveletet, porlasztva szárítási műveletet stb. kell végezni. Problémák halmozódnak fel a préselési és örlési műveletben, mert hosszú idő szükséges a préselési művelethez, és a

2

por ragacsos lesz az örlési művelet során, és beragad a malomba stb.

Továbbá, az ismert különböző porlasztva szárítási műveleteknek általában az a hátránya, hogy nagy mennyiségű száraz oltókristályt igényelnek, és a szükséges berendezések drágák. Az említett össz-cukor módszerben pedig nehéz a szabad víz kezelése a kristályosítási művelet alatt.

A vízmentes β -dextróz előállítására vonatkozólag a forralásos módszert alkalmazó eljárások ismeretesek; például az 1971 — 25690 sz. japán szabadalmi leírás, de mindeddig még nincsenek az össz-cukor módszeren alapuló eljárások nagymennyiségű vízmentes β -dextrózt tartalmazó vízmentes porított dextróz egyszerű és gyors előállítására. Dextróz előállítási eljárást ismertet még a 3 650 829 sz. USA-beli szabadalmi leírás; azonban ezzel az eljárással nem lehet egy lépésben mikrokristályos terméket előállítani.

A találmány szerinti eljárás az össz-cukor módszernek megfelelő eljárás, melynek során a cukoroldatot porítjuk, mialatt a szabad vizet eltávolítjuk a kristályosítás közben.

A találmány lényege, hogy vizes dextróz-oldatot 90—98% cukorkoncentrációig töményítünk. Ezt a koncentrátumot legalább 80 °C-on tartjuk, és oltókristályként legalább 85% vízmentes β -dextrózt tartalmazó, előnyösen poralakú dextrózt adunk hozzá. A hőmérsékletet 80 °C felett tartjuk, lassan keverjük, és vákuumban eltávolítjuk a vizet a mikrokristályok keletkezésétől kezdődően, megfelelően csökkentett nyomáson. A jelen

módszer legalább 85% vízmentes β -dextrózt tartalmazó vízmentes porított dextrózt eredményez.

A vizes dextróz-oldatok, amelyeket a találmány szerinti eljárás során kiindulási anyagokként használunk, különböző anyagokból származhatnak. Például különböző keményítők, így édesburgonya-keményítő, burgonyakeményítő, búzakeményítő, kukoricakeményítő stb. savas-enzimes vagy enzimes-enzimes elcukrosítási eljárással elcukrosíthatók elcukrosított keményítő oldatokká, és különböző dextróztartalmú oldatok nyerhetők ezekből az elcukrosított keményítőoldatokból. Továbbá az ezekből nyert szilárd dextrózokat tartalmazó termékek vízben újra oldhatók vizes dextróz-oldatokká, amelyek kiindulási anyagul szolgálhatnak.

Ezek a vizes dextróz-oldatok így is felhasználhatók, de szokásos módszerekkel, például aktívszénrel és/vagy ioncserélő gyantákkal stb. végzett tisztítás után is fel lehet őket használni.

A tisztított vagy tisztítatlan dextróz-oldatokat körülbelül 90–98%, előnyösen körülbelül 94–98% cukorkoncentrációig bepároljuk szokásos módszereket és bepárló berendezéseket, például többfokozatú bepárlókat vagy filmbepárlókat stb. alkalmazva. Ezt a bepárlást általában csökkentett nyomáson végzett melegítés közben végezzük. A műveleti idő és a feldolgozhatóság szempontjából előnyös, ha a cukorkoncentráció nem haladja meg a 98%-ot.

A betöményített cukoroldatot ezután egy kikeverőbe töltjük, amelyet 80 °C feletti hőmérsékletre, például 90–95 °C-ra előmelegítettünk, és 80 °C feletti hőmérsékleten kevertük.

A kikeverő egy olyan keverő, amelyben a hőmérsékletet magasabb hőmérsékleten szabályozhatjuk. A művelet mikrokristályokat tartalmazó lágy masszát eredményez, és a masszát addig gyúrjuk és porítjuk, míg végül port kapunk. Bármely készülék használható erre a célra, amelyet dehidratálásra alkalmazunk.

A kezdeti keverési sebességnek olyannak kell lennie, hogy gyorsan közel homogén elegyet hozzon létre az oltókristályokból és a cukoroldatból, és össze is tudja törni a mikrokristályokat tartalmazó képlékeny fondantszerű masszát, ami a beoltás után kezd képződni. Például körülbelül 2–10 fordulat/perc keverési sebesség előnyös. A keverési sebességet ezután a kikeverő tartalmának viszonyai szerint állítjuk be. A legjobb gyorsabb keverési sebességet használni az oltókristályok és a cukoroldat beoltás utáni elegyítésére, kisebb keverési sebességet, amint a viszkózus ellenállás nő a fondantszerű masszában a mikrokristály-képződés ideje és a porképződés ideje között, és ismét gyorsabb sebességet a porképződést követő szárítási eljárás alatt, mikor nő a folyhatóság.

A cukoroldatot a kikeverőben 80 °C feletti hőmérsékleten tartjuk, és vízmentes β -dextrózt oltókristályokat vagy nagymennyiségű β -dextrózt tartalmazó porított dextrózt adunk hozzá. Az oltókristályok nem lehetnek nagyobbak körülbelül 0,15 mm-nél. Az oltókristályban a vízmentes β -dextróz százalékos arányának körülbelül 85% felett kell lennie, előnyösen 90% felettinek. A találmány szerinti módszerrel kapott porított vízmentes dextrózt is lehet használni oltókristályként, és oltókristályként való használhatósága és gazdaságossága szempontjából előnyös így tenni.

A használt oltókristály mennyiségének a cukoroldat s ilárdanyag tartalmára számítva legalább 0,2%-nak

kell lennie. Az előnyös azonban az, hogy az oltókristály mennyisége legalább 10%. Természetesen nagyobb mennyiségek is használhatók, de ennek nincs különösebb előnye.

A találmány szerinti eljárásnál a vízmentes β -dextróz kristályosodásának mértékét befolyásolja a hőmérséklet, amelyenél a kristályosodás végbemegy. Például, ha vízmentes β -dextrózt használtunk oltókristályként, a vízmentes β -dextróz tartalom a termékben 93% volt 97 °C-on, 89% 90 °C-on, 85% 80 °C-on és 59% 40 °C-on. Ily módon lehetséges változtatni a vízmentes β -dextróz kristályosodásának mértékét a műveleti hőmérséklet változtatásával.

Ajánlatos, ha a hőmérsékletet körülbelül 80 °C-on vagy magasabban tartjuk, legelőnyösebb körülbelül 90 °C-on vagy ennél magasabban.

A kristályok képződése általában gyorsan megkezdődik; azaz körülbelül 10 perccel az oltókristályok hozzáadása után. Az anyag fehér mikrokristályokat tartalmazó képlékeny fondantszerű masszává válik. A mikrokristályok képződése a szabad víz mennyiségének a keletkezett kristályok mennyiségének megfelelő növekedését okozza, és ezáltal csökken a cukoroldat koncentrációja.

Az említett módon keletkezett szabad vizet alkalmas módon megfelelően csökkentett nyomáson végzett dehidratálással kell eltávolítani. Ily módon a mikrokristályok képzését folyamatosan végezve a szabad víz keletkezése és a szabad víz eltávolítása, a víz-frakció fokozatosan csökken, és egyidejűleg az anyag maga kristályossá válik, és szilárd porrá változik.

A csökkentett nyomásnak csupán arra kell elegendőnek lennie, hogy eltávolozzon a szabad vizet. Előnyös, ha az alkalmazott csökkentett nyomás olyan, hogy az anyag hőmérséklete nem csökken a nagymennyiségű szabad víz gyors eldesztillálása miatt. Például 90–95 °C-on $2,666-3,332 \cdot 10^4$ N/m² nyomás megfelelő. Ha ennél jóval alacsonyabb nyomást alkalmazunk a kezdeti szakaszban, akkor a hőmérséklet csökkenni fog, és a vízmentes β -dextróz kristályosodási foka is csökken. A 95 °C-os fűtési hőmérsékletnél, 94%-os cukorkoncentrációnál és $2,666 \cdot 10^4$ N/m² csökkentett nyomásnál az anyag hőmérséklete 93 °C-ig emelkedik. Ha azonban a nyomás ez alá csökken, az anyag hőmérséklete is csökkenni kezd. Ha a fűtési hőmérséklet 95 °C és a cukorkoncentráció 96%, $1,333 \cdot 10^4$ N/m² nyomás hatására az anyag hőmérséklete csökkenni kezd 93 °C-ról.

Ennélfogva a cukoroldat-koncentráció és a hőmérséklet viszonyától a szabad víz eltávolítására használt csökkentett nyomásig kerülni kell minden hirtelen műveletet alkalmas csökkentett nyomás megválasztásával.

A szabad víz eltávolítását addig folytatjuk, amíg lényegében az összes dextróz kristályossá válik. Ez általában kevesebb, mint másfél óráig tart. A kikeverő keverő hatása a dehidratált massa folyós porrá való válását okozza.

A termék stabilitása szempontjából előnyös, ha a terméket csökkentett nyomáson tovább szárítjuk. A nyomást tovább csökkentjük, és megfelelően szárítva a folyóképesség tovább nő. A csökkentett nyomás ebben a szakaszban $0,666-1,333 \cdot 10^4$ N/m² vagy kevesebb, és végül $2,666 \cdot 10^3$ N/m²-re vagy kevesebbre csökken. Ily módon szabadon folyó vízmentes porított dextrózt nyerünk, amely nagymennyiségű, mintegy 0,5–1% vagy ki-

sebb nedvességtartalmú vízmentes mikrokristályos β -dextrózt tartalmaz.

A találmány szerinti módszer porított dextrózkristályokat szolgáltat, amelyek mikrokristályok, jöllehet a kristályosítást nagyon nagy, azaz 90–98%-os cukorkoncentrációnál végezzük. Ezért más kristályosítási módszerek, például a forralásos módszer termékeihez viszonyítva a találmány szerinti porított dextróz nagyobb fajlagos felülettel rendelkezik, és gyorsabb az oldódási sebessége.

Továbbá, a találmány szerinti módszer a cukoroldat teljes szilárd frakcióját porrá alakítja anélkül, hogy mikrokristályok keletkezését károsítaná, jöllehet nem tartalmaz centrifugálási vagy mosási műveleteket. Ennélfogva a találmány szerinti módszer nagymennyiségű β -dextrózt tartalmazó porított dextrózt szolgáltathat alacsony költséggel az egyszerű készülék- és eljárási igények miatt.

A találmány jobb megértése céljából a következő példákat közöljük, amelyek a találmány oltalmi körét nem korlátozzák.

1. példa

Kereskedelmi vízmentes dextrózt feloldunk vízben, és bepárlóban 90 °C-on 96%-ig betöményítjük. Ezt azután áttöltjük egy hőmérsékletszabályozó és vákuum-dehidratáló berendezéssel ellátott kikeverőbe, és 90 °C-on tartva körülbelül 5 fordulat/perc sebességgel keverjük. Ezután vízmentes β -dextrózt körülbelül 0,15 mm finomságúra elporítunk, előmelegítjük 90 °C-ra, és az előbbi kikeverőben levő tömény cukoroldathoz a tömény cukoroldat szilárd része 0,2%-nyi mennyiségének megfelelő mennyiségben hozzáadjuk. Körülbelül 10 perc múlva, mikor az egész oldat fehér, képlékeny, fondantszerű masszává válik, $2,666\text{--}3,332 \cdot 10^4 \text{ N/m}^2$ nyomáson vákuum-dehidratáljuk. További 10 perc elteltével, mikor fehér mikrokristályos porszerű állapot kezd beállni, a nyomást tovább csökkentjük, $1,333 \cdot 10^4 \text{ N/m}^2$ -re. Mintegy 5 perc múlva, amikor a por folyóképesége megnőtt, a nyomást körülbelül $2,666 \cdot 10^3 \text{ N/m}^2$ -re vagy kevesebbre csökkentjük, és tovább dehidratálunk.

Az ily módon nyert porított dextróz optikai forgatóképességének mérése azt mutatja, hogy körülbelül 92% vízmentes β -dextrózt tartalmaz, és nedvességtartalma 0,5% vagy ennél kisebb.

2. példa

Kereskedelmi vízmentes dextrózt feloldunk vízben, és bepárlóban 90 °C-on 96%-ig betöményítjük. Ezután áttöltjük egy kikeverőbe, mint az 1. példában, és 90 °C-on tartva 5 fordulat/perc sebességgel keverjük. Ezután az 1. példában kapott mikrokristályos port 0,15 mm finomságúra aprítjuk, és ebből adunk a kikeverőben levő cukoroldathoz az oldat szilárd frakciója 0,2%-ának megfelelő mennyiséget. A kezelést az 1. példában leírtak szerint folytatjuk.

Az ily módon nyert porított dextróz nedvességtartalma 0,5%, és körülbelül 90% vízmentes β -dextrózt tartalmaz.

3. példa

Kereskedelmi kukoricakeményítőt kereskedelmi enzim készítményekkel kezelve elcukrosított keményítőoldatot készítünk. (Dextróz 95,5%-os tisztaságú.) Ezt utána aktív szénnel és ioncserélő gyantával tisztítjuk szokásos módszereket használva, és bepárlóban 95 °C hőmérsékleten 96%-ra betöményítjük. Ezt a tömény oldatot áttöltjük az 1. példában leírt kikeverőbe, és 95 °C-on tartjuk. Ezt követően vízmentes β -dextrózt 0,15 mm finomságúra elporítunk, és hozzáadjuk a kikeverőben levő tömény cukoroldathoz a szilárd frakció 10%-ának megfelelő mennyiségben. A feldolgozást az 1. példában leírtak szerint folytatjuk.

Az ily módon nyert porított dextróz nedvességtartalma 0,5%, és 89% vízmentes β -dextrózt tartalmaz.

4. példa

Kereskedelmi kukoricakeményítőt kereskedelmi enzimmel kezelve elcukrosított keményítőoldatot készítünk. (Dextróz 95,5%-os tisztaságú.) Ezt utána aktív szénnel és ioncserélő gyantával tisztítjuk szokásos módszereket alkalmazva, és bepárlóban 95 °C-on 96%-ra betöményítjük. Ezt a tömény oldatot utána áttöltjük az 1. példa szerinti kikeverőbe, és 95 °C-on tartjuk. Ezután a 3. példában kapott porított dextrózt 0,15 mm finomságúra őröljük, és a kikeverőben levő tömény cukoroldathoz a szilárd frakció 10%-ának megfelelő mennyiséget hozzáadunk. A feldolgozást az 1. példában leírtak szerint folytatjuk.

Az ily módon kapott porított dextróz nedvességtartalma 0,5%, és körülbelül 89% vízmentes β -dextrózt tartalmaz.

5. példa

Kereskedelmi kukoricakeményítőt kereskedelmi enzimekkel kezelve elcukrosított keményítőoldatot készítünk. (Dextróz 95,5%-os tisztaságú.) Ezt utána aktív szénnel és ioncserélő gyantával tisztítjuk szokásos módszereket alkalmazva, és bepárlóban 95 °C-on 96%-ra bepároljuk. Ezt a tömény oldatot áttöltjük egy 1. példa szerinti kikeverőbe, és 95 °C-ra tartjuk. Ezt követően a 3. példában kapott porított dextrózt 0,15 mm finomságúra őröljük, és a kikeverőben levő tömény cukoroldathoz a szilárd frakció 10%-ának megfelelő mennyiséget hozzáadunk. Körülbelül 10 perc múlva, mikor az egész oldat fehér, képlékeny, fondantszerű masszává válik, $2,666\text{--}3,332 \cdot 10^4 \text{ N/m}^2$ nyomáson dehidratálni kezdjük. További 10 perc elteltével, mikor fehér mikrokristályos porrá válik, a nyomást $0,666 \cdot 10^4 \text{ N/m}^2$ -re vagy kevesebbre csökkentjük, és folytatjuk a dehidratálást.

Az ily módon kapott porított dextróz nedvességtartalma 0,5%, és körülbelül 88% vízmentes β -dextrózt tartalmaz.

6. példa

Kukoricakeményítő enzimes elcukrosításával nyert 98%-os tisztaságú dextrózt tartalmazó cukoroldatot szokásos kristályosítási módszerekkel kezelünk. Miután

a kristályokat kinyertük, az 1. sz. anyalúgot aktívszén-nel és ioncserélő gyantával tisztítjuk szokásos módszereket alkalmazva, és bepárlóban 95 °C-on 96%-ra bepároljuk. Ezt a bepárolt oldatot utána 95 °C-on tartva át-töltjük egy 1. példa szerinti kikeverőbe. Ezután a 3. példában nyert porított dextrózt 0,15 mm finomságúra őrljük, és a kikeverőben levő tömény cukoroldathoz a szilárd frakció 10%-ának megfelelő mennyiséget hozzá-adunk. A kezelést az 1. példa szerint folytatjuk.

Az ily módon nyert porított dextróz nedvességtartal-ma 0,5%, és 84% vízmentes β -dextrózt tartalmaz.

Szabadalmi igénypontok

1. Eljárás legalább 85 súly%-ban vízmentes β -dext-rózt tartalmazó porított, mikrokristályos dextróz előál-lítására, dextrózt tartalmazó vizes oldatból, a következő műveleti lépésekkel:

- a) a dextróz-tartalmú oldatot koncentrálnak,
- b) a koncentrált oldatot 60 °C feletti hőmérsékleten tartjuk és az oldatba a cukor súlyára vonatkoztatva leg-alább 0,2%, előnyösen 10% oltókristályt adagolunk, amely legalább 85 súly% vízmentes — előnyösen por-alakú — β -dextrózt tartalmaz,

- c) a szabad vizet eltávolítjuk,
- azzal jellemezve, hogy a dextrózt tartalmazó kiinduló oldatot 90—98 súly% szárazanyagtartalmúra töményít-jük, a koncentrált oldatot legalább 80 °C-on tartjuk és beoltás után vákuumban dehidratáljuk keverés közben, a hőmérsékletet 80 °C felett tartva, ameddig legalább 85% dextróz kikristályosodik, majd a dehidratálás to-vább folytatjuk a vákuum folyamatos csökkentése mel-lett, 0,5—1,0% végső víztartalom eléréséig.

- 2. Az 1. igénypont szerinti eljárás foganatosítási mód-ja, azzal jellemezve, hogy az oldatot szárazanyagra szá-mítva 94—98 súly%-ra töményítjük be.

- 3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti eljárás foganatosí-tási módja, azzal jellemezve, hogy a vákuum-dehidratá-lást a nyomás $2,666—3,332 \cdot 10^4 \text{ N/m}^2$ -re csökkentésével végezzük, és a nyomást addig tartjuk ebben a tartomány-ban, amíg 85 súly% dextróz kikristályosodik.

- 4. Az 1. igénypont szerinti eljárás foganatosítási mód-ja, azzal jellemezve, hogy a vákuum-dehidratálást to-vábbfolytatását a nyomás folyamatos, $0,666—1,333 \cdot 10^4 \text{ N/m}^2$ -re történő csökkentése mellett végez-zük, majd a végső víztartalmat, a nyomás $2,666 \cdot 10^3 \text{ N/m}^2$ -re vagy ennél kisebb értékre való csökkentésével, 0,5—1,0 s%-ra állítjuk be.