

(11) Patent numeris: **3732**

(51) Int. Cl.⁵: **B02C 19/00**

(21) Paraiškos numeris: **IP1431**

(22) Paraiškos padavimo data: **1993 10 28**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **1995 05 25**

(45) Patent paskelbimo data: **1996 02 26**

(60) SU duomenys: **SU 4203155, 1987 07 14**

(31, 32, 33) Prioritetas: **8617222, 1986 07 15, GB**

(72) Išradėjas:

Graham Jackson, GB
Michael Ralph Jenner, GB

(73) Patent savininkas:

Tate & Lyle Public Limited Company,
Sugar Quay, Lower Thames Street, London EC3R 6DQ, GB

(74) Patentinis patikėtinis:

Marija Lenkutienė, 6, Patentinių paslaugų centras, UAB,
J. Basanavičiaus g. 11/1, 2600 Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:

Kristalinės sukralozės gavimo būdas

(57) Referatas:

Išradimo objektas yra kristalinės sukralozės gavimo būdas. Kristalinės sukralozės vidutinis dalelių dydis turi būti ne didesnis nei 10 μm, maksimalus dalelių dydis turi būti ne daugiau kaip du kartus viršijantis vidurkį. Toks produktas yra žymiai termostabilėsnis. Pageidautina, kad vidutinis dalelių dydis neviršytų 5 μm, maksimalus dalelių dydis turi būti 10 μm. Termostabilumo padidinimui naudoja srautinį kristalinės sukralozės smulkinimą, dėka ko sumažėja dalelių dydis ir pastarosios taip pasiskirsto pagal dydį, kad maksimalus jų dydis ne daugiau kaip du kartus viršytų vidutinį.

Išradimas priklauso sukralozės, didelio saldumo laipsnio cukrinės medžiagos (4,1,6-trichlor-4,1,6-trideoksigalaktosacharozės) naujos fizinės formos gavimo būdui. Ši medžiaga sausame būvyje yra žymiai atsparesnė spalvos pakitimui padidintose temperatūrose, negu žinomos formos.

Chlorsacharozės tipo cukrinės medžiagos, t.y. junginiai sacharozės ir galaktosacharozės pagrindu, kuriuose viena ar kelios atitinkamos hidroksilo grupės pakeistos chloro atomais, aprašytos Didžiosios Britanijos patente Nr.1543167. Ypatingas dėmesys iš šios grupės medžiagų yra skiriamas sukralozei, kuri pirmą kartą buvo išskirta sirupo pavidalu (žr. Fairclough, Hough and Richardson, Carbohydrate Research, 40, 1975, p.285-288) ir kuri gali būti sukietinta, pavyzdžiui, sublimacinio džiovinimo būdu, susidarant amorfinei higroskopinei stiklo pavidalo medžiagai. Vėliau buvo gauta nauja bevandenė kristalinė sukralozės forma (žr. Didžiosios Britanijos patentą Nr.2075646), kuri yra mažiau higroskopiška.

Paprastai bevandenė kristalinė sukralozė yra santykinai stabili ir inertiška. Mes nustatėme, kad laikant kristalinę sukralozę sausame pavidale, padidintoje temperatūroje gali keistis jos spalva. Taip, pavyzdžiui, išlaikant sausą šviesią kristalinę sukralozę 100° C temperatūroje, maždaug po 20 min. jos spalva keičiasi nuo baltos iki šviesiai rudos. 50° C temperatūroje toks pasikeitimas vyksta žymiai lėčiau (maždaug 9 dienas). Toks palyginti nežymus spalvos pasikeitimas gali būti priežastis to, kad ši medžiaga bus netinkama naudoti maisto produktų ir gėrimų gamyboje. Autoriai nustatė, kad sausos kristalinės sukralozės termostabilumą galima žymiai padidinti sumažinant dalelių dydį ir apribojant jų pasiskirstymą pagal dydį. Praktikoje, vidutinis dalelių dydis turi būti lygus pusei jų maksimalaus dydžio. Pageidaujama, kad nebūtų viršyta 10 mikronų, geriausiai, kad vidutinis dalelių dydis būtų lygus apytikriai 5 mikronams arba mažiau, o maksimalus jų dydis būtų lygus apytikriai 10 mikronų arba mažiau. Geriausiai, pavyzdžiui, kai vidutinis dalelių dydis yra lygus apytikriai 3 mikronams. Buvo netikėta, kad dalelių dydžio sumažėjimas didina jų stabilumą. Dažnai dalelių dydžio sumažėjimas, o tuo pačiu ir medžiagos bendro paviršiaus padidėjimas, dėl labiau palankių sąlygų oksidavimo procesui, skatina stabilumo sumažėjimą.

Šiame išradime yra svarbu tai, kad medžiagos dalelės būtų vienodo dydžio. Taigi, vidutinis dalelių dydis turi būti lygus 5 arba mažiau mikronų, o maksimalus dydis turi neviršyti 10, o geriausiai - 6 mikronų. Esant vidutiniam dalelių dydžiui 2-3 mikronų, maksimalus jų dydis neturi viršyti 6, o geriausiai - 4 mikronų.

Sukralozės kristalai paprastai yra adatų formos, nors jų dydis ir forma gali keistis atitinkamose ribose priklausomai nuo temperatūros ir tirpiklio, iš kurio jie gaunami kristalizacijos būdu, prigimties. Pavyzdžiui, kristalinant iš vandeninio tirpalo paprastai gaunami kristalai, kurių ilgis nuo 80 iki apytikriai 800 mikronų. Kristalinant iš etilacetato tirpalo paprastai gaunami smulkesni kristalai, pavyzdžiui 15x5 mikronų dydžio.

Nors, parenkant atitinkamas kristalizacijos sąlygas, galima gauti palyginti smulkius sukralozės kristalus, tačiau yra sudėtinga kontroliuoti kristalizacijos procesą taip, kad gautųsi smulkios dalelės, turinčios siaurą pasiskirstymo pagal dydį diapazoną. Be to, kristalinant iš organinių tirpiklių, produkte gali likti tam tikras kiekis tirpiklio, kas yra nepageidautina. Kitu atveju, kristalinės medžiagos dalelių dydį galima sumažinti mechanškai jas susmulkinus. Tačiau tokiu būdu sunku gauti labai smulkias daleles.

Buvo nustatyta, kad efektyvus dalelių sumažinimo iki reikiamo dydžio būdas yra srautinis smulkinimas, kai kristalų suardymui iki smulkių dalelių naudoja tekančios terpės energiją. Smulkinama medžiaga srautiniame malūne įvedama į stangrios tekančios terpės, pavyzdžiui, suspausto oro, kurioje dalelės susiduria viena su kita, srautą (žr. Albus, 10th Annual Powder and Bulk Solids Conference, Rosemont, May 1985, p. 867-877). Srautiniai malūnai gali būti naudojami, iš dalies, jautrių kaitinimui medžiagų smulkinimui, kadangi juose nėra judančių dalių, o smulkinimo procese išsiskyręs nedidelis kiekis šilumos kompensuojamas atšaldant, plečiantis tekančiai terpei, kai ji praeina per padavimo į smulkinimo kamerą tūtas.

Šio išradimo tikslas yra produkto termostabilumo padidinimas. Šis tikslas pasiekiamas tuo, kad kristalinės sukralozės gavimo būde, kuriuo ji kristalinama iš tirpiklio, smulkinama srautiniu būdu, esant tekančios terpės slėgiui 207000-890000 Pa, iki kristalų, neviršijančių 10 mikronų dydžio.

Fig. 1 pateiktas dalelių dydžio priklausomybės nuo laiko, per kurį pasikeičia kristalinės sukralozės spalva, grafikas.

1 pavyzdys. Sukralozę, kuri gauta kristalinant iš vandeninio tirpalo, ir kurios kristalų dydis apie 100x20 μm , patalpino į 30-centimetrinį (12 - colių) srautinį malūną "MICRONIZER" (Micron Mills Ltd, Addlestead Industrial Estate Tonbridge Road, East Rickham, Kent, D. Britanija), kurio greitis 15 kg/val. Suspaustas oras naudojamas kaip tekanti terpė.

Esant suspausto oro slėgimui 206820 Pa (30 svarų į kvadratinį colį) susmulkinto produkto, išeinančio iš srautinio malūno, dalelių dydis buvo apytikriai nuo 3x3 iki 6x6 μm . Didesnė dalelių dalis buvo 5x5 μm dydžio.

Didinant slėgimą iki 413640, 551520 ir 689400 Pa (60, 80 ir 100 svarų/kvadratinį colį), buvo gautas susmulkintas produktas, kurio dalelių dydis apytikriai nuo 1x1 iki 4x4 μm , be to, didesnė dalelių dalis buvo 3x3 μm dydžio. Keičiant slėgimą minėtose ribose, gauto produkto dalelių dydis buvo beveik toks pats.

2 pavyzdys. 1 pavyzdyje panaudotą kristalinę sukralozę, kurios dalelių dydis yra apytikriai 100x20 μm , susmulkintą taip pat kaip minėtame pavyzdyje, išlaikė pastovioje 65° C temperatūroje atviruose induose, kol atsirado šviesiai ruda spalva. Buvo gauti šie rezultatai:

1 lentelė

Medžiaga	Laikas, per kurį atsirado šviesiai ruda spalva 65° C temperatūroje
Kristalinė sukralozė	17 val.
Susmulkinta sukralozė (5x5 μm)	26 val.
Susmulkinta sukralozė (3x3 μm)	31 val.

3 pavyzdys. Kristalinę sukralozę (maksimalus kristalų diametras 100% mažesnis negu 700 μm , vidutinis diametras 500 μm) 30 kg/val greičiu tiekė į 20-centimetrinį (8 coliai) malūną "MICRONIZER" vibrotiekiklio pagalba. Esant malūno darbinėje kameroje slėgiui 689400 Pa (100 svarų/kvadratinį colį), buvo gautas produktas, kurio dalelių dydis: 100% mažesnis negu 4 μm , vidutinis dydis 2 μm . Atlikus bandymus pagal 2 pavyzdį, buvo gauti šie rezultatai: laikas, per kurį pasikeitė susmulkinto produkto spalva 65° C temperatūroje, sudarė 29 val, o pradinio produkto - 15 val.

Antrame bandyme tą patį pradinį produktą (laikas, per kurį atsirado ruda spalva, sudarė 16 val) tiekė į malūną 25 kg/val greičiu. Gautas produktas buvo tokio pat dalelių dydžio, kaip ir pirmame bandyme. Laikas, per kurį atsirado ruda spalva 65° C temperatūroje, sudarė 31 val.

4 pavyzdys. Kristalinę sukralozę, gautą kristalinant iš etilacetato tirpalo, turinčią vidutinį dalelių dydį apie 15x5 μm , išbandė pagal 2 pavyzdį.

2 lentelė

Sukralozė iškristalinta iš:	Vidutinis dalelių dydis μm	Stabilumas 65° C temperatūroje
Vandens	100x50	17 val
Etilacetato	15x5	21 val
Sukralozė po srautinio smulkinimo	3x3	31 val.

2 - 4 pavyzdžių duomenys pavaizduoti Fig. 1 grafike. Laikas, per kurį pasikeičia spalva 65° C temperatūroje, gali ilgėti nuo 16 iki 31 ir daugiau valandų. 50% -is pailgėjimas gaunamas, esant vidutiniam dalelių dydžiui 10 μm .

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

Kristalinės sukralozės gavimo būdas, pagal kurį sukralozė kristalinama iš tirpiklio, **b e s i s k i r i a n t i s** tuo, kad siekiant padidinti gauto produkto stabilumą, kristalinę sukralozę smulkina srautiniu būdu, esant tekančios terpės slėgimui 207000 - 690000 Pa iki kristalų, neviršijančių 10µm dydžio, gavimo.

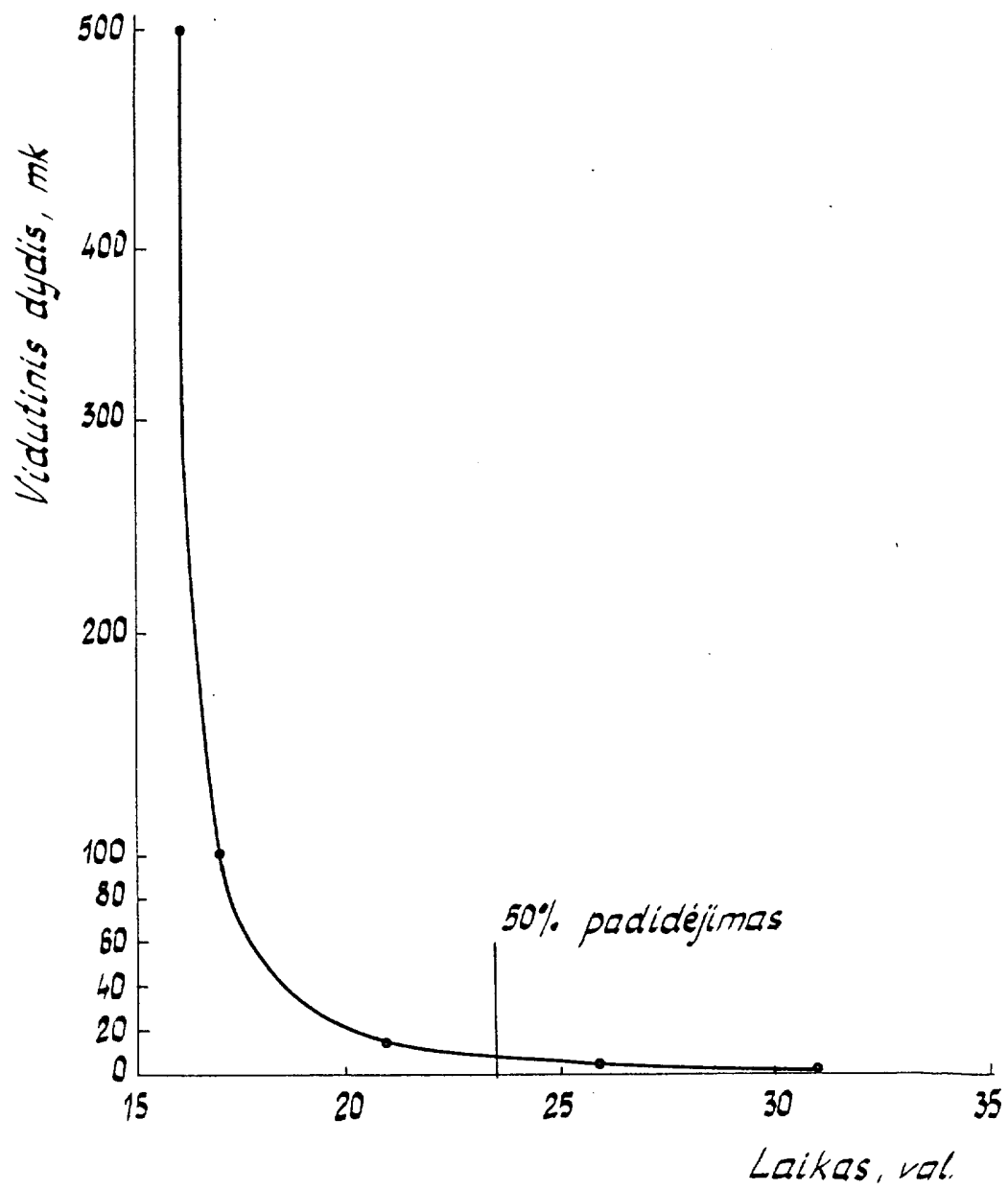


Fig.1