

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer:

0 013 014
A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 79105309.3

(51) Int. Cl.³: **C 13 K 11/00**

(22) Anmeldetag: 21.12.79

(30) Priorität: 22.12.78 US 972454

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
09.07.80 Patentblatt 80/14

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE CH DE FR GB NL SE

(71) Anmelder: CHIMICASA GMBH
Wiesentalstrasse 81
CH-7000 Chur(CH)

(72) Erfinder: Dwivedi, Basant K.
3 Farm Road
Randolph, New Jersey(US)

(72) Erfinder: Raniwala, Subodh Kumar
S-1476 Stevens Techn. Hoboken
New Jersey(US)

(74) Vertreter: Hach, Hans Karl, Dr.
Tarunstrasse 23
D-6950 Mosbach-Waldstadt(DE)

(54) Verfahren zum Gewinnen rieselfähiger Fruktose.

(57) Verfahren zum Gewinnen von feinkörniger, rieselfähiger Fruktose bei dem Sirup der einen hohen Fruktosegehalt und einen bestimmten Feuchtigkeitsgehalt hat mit Äthanol der einen bestimmten Feuchtigkeitsgehalt hat gemischt wird zu einer klaren, homogenen Lösung, die dann mit kristalliner, feinkörniger Fruktose geimpft wird. Die daraufhin sich bildenden feinkörnigen Fruktosekristalle werden abgetrennt.

EP 0 013 014 A1

VERFAHREN ZUM GEWINNEN RIESELFÄHIGER FRUKTOSE

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Gewinnung rieselfähiger, feinkörniger Fruktose durch Auskristallisieren aus Sirup-
5 masse mit hohem Fruktosegehalt.

Da Fruktose ein natürlicher Zucker ist, wird Fruktose gern in kristalliner Form als Süßungsmittel für Nahrungsmittel und dergleichen verwendet. Zu diesem Zweck ist es für die Handha-
10 bung wünschenswert, die Fruktose möglichst rein und in rieselfähiger, feinkörniger, kristalliner Form zur Verfügung zu stellen.

Aufgabe der Erfindung ist es, rieselfähige Fruktose aus leicht
15 verfügbarer Sirupmasse auf einfache Weise und mit hohem Reinheitsgrad zu gewinnen.

Die Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß eine Sirupmasse mit einem Fruktosegehalt von 50 bis 98 Gewichtsprozent, vor-
20 zugsweise mehr als 90 Gewichtsprozent, eingesetzt wird; daß diese Sirupmasse mit einem für die Verwendung in Lebensmitteln geeigneten, flüchtigen Alkohol, vorzugsweise Äthanol, gemischt wird zu einer klaren, homogenen Sirup-Alkohol-Lösung, in der sich das Gewicht des Sirupanteils, gemessen in Gramm,
25 verhält zum Volumen des Alkoholanteils, gemessen in Kubikzentimeter, wie 1 : 2 bis 2 : 1, vorzugsweise etwa 1 : 1, und bei der für den Feuchtigkeitsgehalt die nachfolgenden Beziehungen erfüllt sind

$$Q = \frac{W_s X_{M1} + W_a X_{M2}}{W_s + W_a X_{M2}} ; \quad 0,05 < Q < 0,25;$$

worin bedeutet: i) W_s das Gewicht des Sirupanteils,
gemessen in Gramm,

5 ii) W_a das Gewicht des Alkoholanteils,
gemessen in Gramm,

iii) X_{M1} der Feuchtigkeitsgehalt des eingesetzten Sirups in Gewichtsanteilen,
bezogen auf das Sirupgewicht,

10 iv) X_{M2} der Feuchtigkeitsgehalt des eingesetzten Alkohols in Gewichtsanteilen,
bezogen auf das Alkoholgewicht,

daß die Sirup-Alkohol-Lösung durch Zugabe von feinkörnigem
15 Saccharid, Monosaccharid oder Polysaccharid, vorzugsweise
Fruktose und/oder Glukose, angeimpft wird,
daß Fruktose unter Stehenlassen der angeimpften Sirup-Alkohol-
Lösung auskristallisiert wird und
daß die auskristallisierte Fruktose in rieselfähiger, feinkör-
20 niger Qualität durch Abtrennen gewonnen wird.

Auf diese Weise kann man Fruktose gewinnen mit einer Feinkör-
nigkeit kleiner als 400 mesh und mit einer Reinheit von 99 %
und besser.

25

Aus Getreidestärke gewinnt man durch Einwirken von Enzymen
und/oder Mikroben Getreidesirup mit hoher Fruktosekonzentra-
tion. Solche Getreidesirups sind billig und in großen Mengen
in der Lebensmittelindustrie verfügbar. Deshalb geht eine

30 Weiterbildung der Erfindung von Getreidesirup mit einem Fruktose-
gehalt von 90 % aus.

Das Mischen der Sirupmasse mit dem Alkohol sollte eine klare,
homogene Lösung ergeben. Danach wird dann diese Lösung mit
35 einem für Lebensmittel geeigneten Material von feiner Teilchen-
größe beimpft, wobei vorzugsweise ein Süßungsmittel verwendet

wird, zum Beispiel Monosaccharid, Polysaccharid und vorzugsweise feinkristalline Fruktose, Glukose oder dergleichen. Nach dem Beimpfen empfiehlt es sich, die Lösung zu rühren, vorzugsweise 5 bis 10 Stunden lang, weil durch das Rühren die Ausbeute begünstigt werden kann. Dann läßt man die beimpfte Lösung einige Stunden, vorzugsweise 3 bis 12 Stunden, stehen, so daß sich die Fruktosekristalle bilden können, die dann gewonnen werden, indem sie durch Filtration, Zentrifugieren oder durch andere Trennmaßnahmen geerntet werden. Die Kristalle können dann gewaschen werden, vorzugsweise in Alkohol, zum Beispiel in Äthanol, und im Vakuum getrocknet werden. Die so gewonnenen Kristalle sind rieselfähig und haben eine Teilchengröße von weniger als 400 mesh, in den meisten Fällen sogar weniger als 200 bis 300 mesh. Vorzugsweise bestehen die zum Impfen verwendeten Kristalle aus reiner kristalliner Fruktose wie das kristalline Produkt, das mit dem Verfahren nach der Erfindung gewonnen wird, so daß man vorzugsweise die mit dem Verfahren nach der Erfindung gewonnenen Fruktosekristalle zum Impfen einsetzen kann. Es ist unschädlich, wenn die eingesetzte Sirupmasse, wie bei handelsüblichen Sirupmassen mit hoher Fruktosekonzentration, andere Saccharide, zum Beispiel 3 bis 8 % (Prozent) Dextrose und geringere Mengen anderer Polysaccharide enthält.

Zum Impfen wird vorzugsweise kristallines Saccharid eingesetzt mit einer Korngröße von vorzugsweise 0,05 bis 0,5 mm und in einer Menge von vorzugsweise 0,5 bis 5 Gewichtsprozent Saccharid bezogen auf das Gewicht der zu beimpfenden Sirup-Alkohol-Lösung.

Wenn der Feuchtigkeitsgehalt des Fruktosesirups, von dem ausgegangen wird, zu hoch ist, so daß er den angegebenen Grenzwerten für Q nicht mehr entspricht, dann kann der Feuchtigkeitsgehalt der Sirupmasse durch Konzentration des Sirups in einem Vakuum entsprechend verringert werden, wobei man jedoch vorzugsweise Temperaturen im Bereich von 30 bis 90° Celsius, besser Temperaturen im Bereich von 35 bis 55° Celsius, anwendet. Die Konzentration im Vakuum sollte immer bei einer solchen Temperatur erfolgen, bei der sich das Konzentrat nicht verfärbt, insbesondere nicht gelb verfärbt. Es wurde nämlich festgestellt, daß bei

Getreidesirupmasse, die unter Vakuum konzentriert wurde, Formationen von gelber Farbe die Kristallisierung und die Rückgewinnung der rieselfähigen Fruktose hemmte oder verzögerte. Aus diesem Grunde sollte man die Entstehung solcher Formationen durch Vermeidung von Temperaturen, bei denen sich diese Formationen bilden, von vornherein vermeiden.

Es kann jeder für Lebensmittel geeignete, flüchtige Alkohol verwendet werden, der leicht entfernt werden kann und der eine klare homogene Lösung mit dem fruktosehaltigen Sirup bildet und dessen Feuchtigkeitsgehalt der Bestimmung für Q entspricht. Bevorzugt ist als Alkohol Äthanol, obwohl auch andere Alkohole, wie Propanol, Butanol und ähnliche aliphatische Alkohole oder sogar niedermolekulare, mehrwertige Alkohole verwendet werden können.

15

Mit dem erfinderischen Verfahren gewinnt man rieselfähige, feine Fruktosekristalle, die direkt in essbaren Lebensmitteln, wie zum Beispiel in Süßigkeiten, Schokoladeprodukten, Kuchen und anderen Lebensmitteln, allein oder in Verbindung mit anderen natürlichen oder künstlichen Süßungsmitteln verwendet werden können. Die Größe der gewonnenen Kristalle kann variieren und auch beeinflusst werden durch die Verfahrensbedingungen, zum Beispiel die Temperatur der Sirup-Alkohol-Lösung, die Absenkung dieser Temperatur im Laufe des fortschreitenden Verfahrens, die Menge und den Typ der für die Impfung verwendeten Kristalle und so weiter.

Vorzugsweise wird nach der Erfindung wie folgt verfahren:

Getreidesirup mit hohem Fruktosegehalt wird im Vakuum bei einer Temperatur zwischen 35 und 55°C auf einen Feuchtigkeitsgehalt von 20 % konzentriert. 1000 Gramm dieses konzentrierten Sirups werden mit 1000 Kubikzentimeter Äthanol mit einem Feuchtigkeitsgehalt von 5 % gemischt. Die Mischung wird so lange gerührt, bis man eine homogene, klare Lösung erhält, vorzugsweise bei 30 bis 35°C. Die Mischung wird dann beimpft mit 0,5 bis 5,0 Gewichtsprozent, vorzugsweise 2 bis 3 Gewichtsprozent, kristalliner Fruktose mit einer Teilchengröße von 0,05 bis 0,5 mm. Dann wird 5 bis 10 Stunden gerührt. Es kristallisieren dann feine Fruktosekristalle

und die größer werden, wenn man die Mischung über eine längere Zeit stehenläßt, zum Beispiel für 3 bis 12 Stunden. Die Kristalle werden geerntet durch Filtration oder Zentrifugieren. Dann werden die Kristalle in Alkohol gewaschen und im Vakuum getrocknet.

Nach dieser Verfahrensweise errechnet sich Q wie folgt:

$$X_{M1} = \frac{20}{100} ; X_{M2} = \frac{5}{100} ; Ws = 1000 ; Wa = 0,79 \cdot 1000.$$

$$Q = \frac{WsX_{M1} + WaX_{M2}}{Ws + WaX_{M2}} = \frac{200 + 39,5}{1000 + 39,5} = 0,23.$$

Man kann Sirup und Äthanol mit einem anderen Feuchtigkeitsgehalt einsetzen, vorausgesetzt $0,05 < Q < 0,25$.

Beispiel 1

Es wurde von Getreidesirup ausgegangen mit einem Fruktosegehalt von 90 Trockengewichtsprozent, einem Dextrosegehalt von 7 Trockengewichtsprozent, einem Gehalt an anderen Sacchariden von 3 Trockengewichtsprozent und einem Wassergehalt von 20 %.

1000 Gramm dieses Getreidesirups wurden bei Raumtemperatur mit 710 Milliliter wasserfreiem Äthanol gemischt. Diese Mischung wurde dann beimpft mit 16 Gramm feinkörniger, kristalliner Fruktose. Die Mischung wurde dann für 12 Stunden stengelassen und die dann entstandenen Kristalle wurden abgetrennt, mit Äthanol gewaschen und unter Vakuum getrocknet. Es wurde feinkörnige, rieselfähige Fruktose mit einer Partikelgröße kleiner als 300 mesh, einem Ertrag von 36 Prozent und einer Reinheit von 99 % gewonnen.

Beispiel 2

Wie Beispiel 1 mit dem einzigen Unterschied, daß die beimpfte Mischung zusätzlich 5 Stunden lang gerührt wurde. Durch das Rühren wurde der Ertrag von 36 % aus Beispiel 1 gesteigert auf 45 %. Partikelgröße und Reinheitsgrad waren gleich wie beim Beispiel 1.

Beispiel 3

Getreidesirup in der gleichen Zusammensetzung wie im Beispiel 1
angegeben wurde im Vakuum bei 40° Celsius auf einen Feuchtig-
5 keitsgehalt von 10 % konzentriert. 1000 Gramm dieses konzentrier-
ten Sirups wurden erwärmt auf 50° Celsius und mit 558 Milliliter
Äthanol bei Raumtemperatur gemischt. Das eingesetzte Äthanol
hatte einen Wassergehalt von 5 %. Die Mischung wurde dann mit
18 Gramm feinkörniger, kristalliner Fruktose beimpft, gerührt
10 und zum Abkühlen stehengelassen. Nach 15 Stunden wurden die
inzwischen gebildeten Fruktosekristalle abfiltriert, in Äthanol
gewaschen und unter Vakuum getrocknet. Es wurde feinkörnige,
rieselfähige Fruktose mit einer Partikelgröße von 200 bis 400 µm
einem Ertrag von 50 % und einer Reinheit von 99 % gewonnen.

Ansprüche:

1. Verfahren zum Gewinnen rieselfähiger, feinkörniger Fruktose durch Auskristallisieren aus Sirupmasse mit hohem Fruktosegehalt, dadurch gekennzeichnet,
5 daß eine Sirupmasse mit einem Fruktosegehalt von 50 bis 98 Gewichtsprozent eingesetzt wird;
daß diese Sirupmasse mit einem für die Verwendung in Lebensmitteln geeigneten, flüchtigen Alkohol gemischt wird zu einer
10 klaren, homogenen Sirup-Alkohol-Lösung, in der sich das Gewicht des Sirupanteils, gemessen in Gramm, verhält zum Volumen des Alkoholanteils, gemessen in Kubikzentimeter, wie 1 : 2 bis 2 : 1 und bei der für den Feuchtigkeitsgehalt die nachfolgenden Beziehungen erfüllt sind

15

$$Q = \frac{W_s X_{M1} + W_a X_{M2}}{W_s + W_a X_{M2}} ; \quad 0,05 < Q < 0,25;$$

worin bedeutet: i) W_s das Gewicht des Sirupanteils, gemessen in Gramm,

20

ii) W_a das Gewicht des Alkoholanteils, gemessen in Gramm,

iii) X_{M1} der Feuchtigkeitsgehalt des eingesetzten Sirups in Gewichtsanteilen, bezogen auf das Sirupgewicht,

25

iiii) X_{M2} der Feuchtigkeitsgehalt des eingesetzten Alkohols in Gewichtsanteilen, bezogen auf das Alkoholgewicht,

daß die Sirup-Alkohol-Lösung durch Zugabe von feinkörnigem
30 Saccharid angeimpft wird,

daß Fruktose unter Stehenlassen der angeimpften Sirup-Alkohol-Lösung auskristallisiert wird und

daß die auskristallisierte Fruktose in rieselfähiger, feinkörniger Qualität durch Abtrennen gewonnen wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zu feuchte Sirupmasse durch Eindicken im Vakuum unter Anwendung von Temperaturen zwischen 30 und 90° Celsius, jedoch unter Vermeidung von hohen Temperaturen aus diesem Bereich, wenn diese zu Gelbfärbungen führen, auf die vorgesehene Feuchtigkeit eingestellt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Alkohol Äthanol eingesetzt wird im Verhältnis Sirupgewicht in Gramm zu Alkoholvolumen in Kubikzentimeter von etwa 1 : 1.

10

4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß zum Impfen kristallines Saccharid eingesetzt wird.

15 5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß zum Impfen Fruktose und/oder Glukose eingesetzt wird.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß zum Impfen Fruktose eingesetzt wird, die nach einem Verfahren der vorhergehenden Ansprüche gewonnen ist.

7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß zum Impfen 0,5 bis 5 Gewichtsprozent Saccharid, bezogen auf das Gewicht der zu beimpfenden Sirup-Alkohol-Lösung, eingesetzt wird.

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß zum Impfen Saccharid mit einer Korngröße von 0,05 bis 0,5 mm (Millimeter) eingesetzt wird.

9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Sirup-Alkohol-Lösung beim und/oder nach dem Impfen 5 bis 10 Stunden gerührt wird.

35

10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die beimpfte Sirup-Alkohol-Lösung zum Auskristallisieren 3 bis 12 Stunden stehengelassen wird.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0013014

Nummer der Anmeldung

EP 79 10 5309

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. 1)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
X	CHEMICAL ABSTRACTS, Band 43, Nr. 9, 10. Mai 1949, Zusammenfassung Nr. 3639f, Columbus, Ohio, US, & JP - B - 161 985 (SHIGETARO UEKI) (22.02.1944) * Zusammenfassung *	1-10	C 13 K 11/00
X	DE - A - 2 015 591 (MAIZENA GESELLSCHAFT) * Beispiele 2,4; Ansprüche *	1-10	
	GB - A - 1 206 040 (BOEHRINGER) * Ansprüche *	1-10	C 13 K 11/00
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. 1)
			KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE
			X: von besonderer Bedeutung A: technologischer Hintergrund O: nichtschriftliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: kollidierende Anmeldung D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus andern Gründen angeführtes Dokument S: Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument
☒ Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Den Haag	02-04-1980	LENSEN	