



УКРАЇНА

(19) UA (11) 91292 (13) C2  
(51) МПК (2009)  
C08B 37/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

### (54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ВИПАДКОВО ЗВ'ЯЗАНОГО ПОЛІСАХАРИДУ

1

(21) а200900212

(22) 15.06.2006

(24) 12.07.2010

(86) РСТ/ЕР2006/063261, 15.06.2006

(46) 12.07.2010, Бюл.№ 13, 2010 р.

(72) БОГАРТ ПІТ, ВЕ

(73) СІРАЛ БЕЛДЖЕМ НВ, ВЕ

(56) US 3 766 165 A, 16.10.1973

KR 180 955 B, 01.04.1999

FR 2 266 742 A1, 31.10.1975

US 5 051 500 A, 24.09.1991

WO 03/035235 A, 01.05.2003

(57) 1. Спосіб одержання випадково зв'язаного полісахариду, у якому в реактор, що являє собою місильно-змішувальну машину з обертовими у протилежних напрямках лопатями, нагріту до температури від 160 до 220 °С, одночасно або послідовно завантажують сахарид, поліол та кислоту, яка служить як каталізатор, та здійснюють дегідратацію та поліконденсацію, під час яких вільну воду та реакційну воду видаляють з місильно-змішувальної машини за рахунок місіння та змішування завантажених інгредієнтів та утвореного згодом практично безводного сиропу під зниженим тиском від 50 до 400 гектопаскаль, причому під час поліконденсації практично безводний сироп безперервно місять у місильно-змішувальній машині до досягнення потрібного ступеня полімеризації.

2. Спосіб за п. 1, у якому місильно-змішувальну машину нагрівають до температури від 175 °С до 200 °С.

3. Спосіб за п. 2, у якому місильно-змішувальну машину нагрівають до температури від 175 °С до 190 °С.

4. Спосіб за будь-яким з пп. 1-3, у якому тиск у місильно-змішувальній машині варіюють від 100 до 300 гектопаскаль.

5. Спосіб за будь-яким з пп. 1-4, у якому місильно-змішувальну машину наповнюють до рівня від 40 до 90 %.

6. Спосіб за п. 5, у якому місильно-змішувальну машину наповнюють до рівня від 75 до 85 %.

7. Спосіб за будь-яким з пп. 1-6, у якому інгредієнти одночасно або послідовно безпосередньо завантажують до місильно-змішувальної машини.

8. Спосіб за п. 7, у якому додатково додають певну кількість води з метою якомога швидшої гомо-

2

генізації інгредієнтів у місильно-змішувальній машині.

9. Спосіб за будь-яким з пп. 1-6, у якому інгредієнти завантажують у місильно-змішувальну машину як попередню підготовлену суміш.

10. Спосіб за будь-яким з пп. 7-9, у якому загальний вологовміст завантажених інгредієнтів у місильно-змішувальній машині становить від 10 до 30% мас.

11. Спосіб за п. 10, у якому загальний вологовміст завантажених інгредієнтів, присутніх у місильно-змішувальній машині, становить від 11 до 20% мас.

12. Спосіб за будь-яким з пп. 1-11, у якому поліол являє собою сорбіт.

13. Спосіб за п. 12, у якому сорбіт вибраний з-поміж кристалічного сорбіту, сиропу сорбіту, здатного до кристалізації, або сиропу сорбіту, не здатного до кристалізації.

14. Спосіб за п. 13, у якому сорбіт являє собою сироп сорбіту, здатного до кристалізації.

15. Спосіб за будь-яким з пп. 1-14, у якому сахарид являє собою глюкозу.

16. Спосіб за п. 15, у якому глюкоза вибрана з-поміж кристалічного моногідрату декстрази, безводної декстрази, сиропу D99 декстрази або сиропу D96 глюкози.

17. Спосіб за п. 16, у якому глюкоза являє собою кристалічний моногідрат декстрази.

18. Спосіб за будь-яким з пп. 1-17, у якому кислота, що служить каталізатором, являє собою органічну кислоту.

19. Спосіб за п. 18, у якому органічна кислота являє собою лимонну кислоту, винну кислоту, бурштинову кислоту та/або фумарову кислоту.

20. Спосіб за будь-яким з пп. 1-17, у якому кислота, що служить каталізатором, являє собою неорганічну кислоту.

21. Спосіб за п. 20, у якому неорганічна кислота являє собою фосфорну кислоту.

22. Спосіб за будь-яким з пп. 18-21, у якому у разі застосування випадково зв'язаних полісахаридів для харчової промисловості, використовують кислоти, прийнятні для харчової промисловості.

23. Спосіб за будь-яким з пп. 1-22, який здійснюють безперервно.

24. Спосіб за будь-яким з пп. 1-22, який здійснюють періодично.

(13) C2

(11) 91292

(19) UA

Цей винахід стосується способу одержання випадково зв'язаного полісахариду, який включає як інгредієнти сахарид, поліол та кислоту, що служить каталізатором, спосіб включає етапи завантаження інгредієнтів у реактор з метою дегідратації завантажених інгредієнтів до практично безводного сиропу, поліконденсації практично безводного сиропу при підвищених температурах у вищезгаданому реакторі з одночасним видаленням реакційної (поліконденсаційної) води.

У документі US 3 766 165 описується спосіб одержання полісахаридів, який включає розтоплення сухого сахариду, вибраного з групи, до якої належать d-глюкоза та мальтоза, при температурі, нижчій за точку суттєвого розщеплення вищезгаданого сахариду, підтримання вищезгаданого розтопленого сахариду при температурі приблизно від 140 до 295 °C і при зниженому тиску у присутності каталітичної кількості до 10 мол. відсотків каталітичної полікарбонової кислоти харчової якості і практично за відсутності води до суттєвої полімеризації, з одночасним видаленням води, утвореної під час вищезгаданого розтоплення та полімеризації. Так, у прикладі II описується рецепт дієтичної їжі, згідно з яким попередню суміш моногідрату декстрази, порошку сорбіту та винної кислоти розтоплюють у шнековому конвеєрі з паровою сорочкою. Цю розтоплену суміш безперервно подають до вакуумного подвійного міксер безперервної дії (універсальний міксер безперервної дії Baker-Perkins) і нагрівають до 165°C-245°C під тиском 75-100 мм рт. ст. при контрольованій швидкості подачі.

Як згадується у документі GB 1 422 294, загальновідомим є той факт, що точне змішування та перенесення твердих речовин, що також описується у документі US 3 766 155, у комерційній практиці є важчим і витратнішим, ніж у разі рідин або розчинів, які мають перевагу завдяки тому, що можуть легко переноситись за допомогою механічних насосів і точно вимірюватися за допомогою звичайних пристроїв для вимірювання об'єму. У комерційній практиці полісахариди, такі, як продукти поліглюкози та полімальтози, найбільш ефективно одержують через застосування безперервного процесу. Однак процес полімеризації попередньо розтопленого матеріалу вимагає безперервного перемішування та змішування належної кількості твердих реагентів, які потім повинні нагріватися до температури у діапазоні приблизно від 110 °C до 150 °C для розтоплення реакційної суміші. Розтоплений завантажений матеріал повинен триматися при цій температурі до його введення у реактор для поліконденсації. Протягом періоду утримання відбувається небажане забарвлення та пов'язане з ним утворення продуктів окиснювального розщеплення, якщо реагенти перебувають у контакті з атмосферою.

Рішення згаданих проблем пропонується у документі GB 1 422 294, в якому описується спосіб одержання полісахаридів та похідних полісахаридів, які застосовують як інгредієнт дієтичних про-

дуктів, причому спосіб включає комбінування у водному розчині глюкози, мальтози або їх суміші разом з каталітичною полікарбоновою кислотою харчової якості у кількості до 10 мол. % від загальної кількості цукру та, необов'язково, від 5 до 20 % від загальної маси реагентів поліолу харчової якості, вибраного з-поміж сорбіту, гліцерину, еритриту, ксиліту, маніту та галактиту, дегідратацію вищезгаданого розчину при тиску, нижчому за атмосферний, до практично безводного сиропу при тиску, нижчому за атмосферний, при температурі від 150 °C до 300 °C, доки не відбудеться поліконденсація, з одночасним випарюванням води, утвореної під час вищезгаданого поліконденсації, і підтримання вищезгаданого поліконденсації до здійснення піролізу у суттєвій кількості. Сахарид, кислотний каталізатор та, якщо потрібно, поліол комбінують у вихідному водному розчині, який потім концентрують до практично безводного сиропу за допомогою окремого випарника, такого, як тонкоплівковий випарник або випарник миттєвого закипання, після чого сироп швидко переносять до реактора для поліконденсації, який працює при зниженому тиску і при температурі 150 - 300 °C, наприклад, як згадується у прикладі 1, вакуумного подвійного міксер безперервної дії, який працює під тиском 75-100 мм рт. ст. і при температурі, вимірюваній у різних зонах агрегату у межах від 115 °C до 245 °C. В альтернативному варіанті випарювання завантаженого водного розчину вихідних інгредієнтів може відбуватись у першій секції проточного реактора, призначеного для обробки матеріалів високої в'язкості; наступні секції реактора, відрегульовані у зазначеному діапазоні температур, застосовують для здійснення поліконденсації, що дозволяє виконувати обидві операції в одному реакторі. В результаті процесу, описаного у документі GB 1 442 294, безводний завантажений матеріал є менш забарвленим і містить менше побічних продуктів перед поліконденсацією, ніж у разі, коли безводний завантажуваний матеріал приготують способом злиття (з застосуванням шнекового конвеєра з паровою сорочкою), як описано у документі US 3 766 155.

Альтернативний підхід до процесу, описаного в документі US 3 766 155, розкривається у документі US 5 051 500, у якому описується безперервний спосіб одержання випадково зв'язаного полісахариду, який включає етапи:

- подачі інгредієнтів, які включають відновний сахарид та харчову карбонову кислоту окремими потоками у твердій силікій формі у вентильовану камеру, яка має засоби подачі вищезгаданих інгредієнтів у подовжньому напрямку через вищезгадану камеру з боковим перемішуванням вищезгаданих інгредієнтів та мінімальним подовжнім перемішуванням вищезгаданих інгредієнтів;

- розтоплення та бокового перемішування вищезгаданих інгредієнтів у першій зоні вищезгаданої камери для утворення розтопленого матеріалу;

- подачі вищезгаданого розтопленого матеріалу у вищезгаданій камері за допомогою вищезга-

даних засобів подачі до другої зони вищезгаданої камери;

- реакції вищезгаданого розтопленого матеріалу у вищезгаданій другій зоні вищезгаданої камери під зниженим тиском та струшування для утворення випадково зв'язаного полісахариду у вищезгаданому розтопленому матеріалі;

- подачі вищезгаданого розтопленого матеріалу через вищезгадану другу зону за допомогою вищезгаданих засобів подачі;

- піддавання вищезгаданого розтопленого матеріалу, який перебуває у вищезгаданій другій зоні, дії зниженого тиску та струшування вищезгаданого розтопленого матеріалу для видалення води з вищезгаданого розтопленого матеріалу.

Прикладом пристрою, який застосовують у процесі згідно з документом US 5 051 500, є екструдер, який має коротаційні гвинти, які забезпечують мінімальне подовжнє перемішування, але відмінне бокове перемішування, а отже, сприяють як гомогенності продукту (тобто, зниженню полідисперсності), так і прискоренню реакції, останнє - через сприяння видаленню водяного конденсату.

Інший процес, альтернативний способів, описаному в документі US 3 766 155, розкривається у документі EP 404 227. Проблема, яка лежить в основі документа EP 404 227, полягає в тому, що один з варіантів втілення процесу, описаного в документі US 3 766 165, передбачає застосування безперервної полімеризації у діапазоні температур 200 - 300 °C у вакуумі протягом періоду приблизно 10 хвилин. Однак підтримання вакууму, який вимагається у відомому процесі, потребує додаткових заходів, таких, як застосування периферійного обладнання, яке вважається характерним недоліком процесу, описаного в документі US 3 766 165. Таким чином, у документі EP 404 227 було здійснено спробу розробки способу, який може виконуватися безперервно, і за допомогою якого можна одержати потрібний полісахаридний продукт за дуже короткий час і без застосування обладнання, необхідного для підтримання умов вакууму. Цього досягали через забезпечення способу одержання похідних полісахариду шляхом реакції принаймні сахариду, поліолу та харчової полікарбонової кислоти, яка також діє як каталізатор, при підвищеній температурі, причому реагенти подають у формі суміші через реактор зі шнековим валом, який працює при підвищеній температурі і при підвищеному тиску, і продукт реакції одержують при температурі 140 °C-300 °C.

Однак вищенаведені способи все одно мають багато недоліків, які здебільшого стосуються реакції поліконденсації. Під час реакції поліконденсації вода у реакційних середовищах існуючого рівня техніки видаляється недостатньою мірою, що призводить до зниження ефективності реакції та надмірно високої концентрації ступеня полімеризації матеріалу (DP) 1 та DP2. Згідно з вищезгаданим рівнем техніки, це компенсується збільшенням часу утримання та/або температури реакції. В результаті збільшення забарвлення та утворення побічних продуктів призводить до погіршення якості продукту та збільшення витрат на очищення з метою забезпечення прийнятного комерційного продукту.

Таким чином, мета винаходу полягає у забезпеченні удосконаленого способу одержання випадково зв'язаного полісахариду згідно з преамбулою п. 1 формули винаходу, який в результаті забезпечує поліпшене відведення реакційної води, у поєднанні з м'якішими умовами реакції, порівняно зі способами існуючого рівня техніки.

Ця мета винаходу досягається через забезпечення способу одержання випадково зв'язаного полісахариду, який включає як інгредієнти сахарид, поліол та кислоту, що служить каталізатором, спосіб включає етапи завантаження інгредієнтів у реактор з метою дегідратації завантажених інгредієнтів до практично безводного сиропу, поліконденсації практично безводного сиропу при підвищених температурах у вищезгаданому реакторі з одночасним видаленням реакційної води, причому реактор є мішалкою з лопатями, які обертаються у протилежних напрямках, і під час етапу завантаження сахарид, поліол та кислоту, що служить як каталізатор, одночасно або послідовно завантажують у реактор, і тим, що під час етапу дегідратації та поліконденсації вільна (розчин та кристали) вода та реакційна вода видаляється з мішалки через замішування та змішування завантажених інгредієнтів та утвореного внаслідок цього практично безводного сиропу під зниженим тиском у реакторі, і під час поліконденсації практично безводний сироп постійно замішується у реакторі-мішалці до досягнення потрібного ступеня полімеризації.

Потрібний ступінь полімеризації описується у журналі Official Journal of the European Communities про харчові добавки, E1200 (полідекстроза).

В результаті здійснення процесу згідно з винаходом одержують випадково зв'язані полісахариди, які мають більшу середню молекулярну масу, нижчий вміст DPI та/або DP2 і вищий вміст поліконденсатів, які мають DP>3, порівняно з продуктами існуючого рівня техніки, одержаними за допомогою способів зі споживанням приблизно такої самої кількості енергії. Водночас утворення забарвлених тіл під час виробництва обмежується, а термічна та хімічна стійкість поліпшується завдяки зниженій кількості залишкових відновних цукрів порівняно з продуктами стандартної якості, які у даний час реалізуються на ринку (наприклад, StaLite III або Litesse II).

3 перемішувальних засобів у документах US 3 880 407, EP 517 068 та EP 528 210 і WO 03/035235 описуються мішалки для здійснення механічних, хімічних та/або термічних процесів.

У мішалці, описаній у документі US 3 880 407, застосовуються лопаті, які обертаються у протилежних напрямках, для механічної, хімічної та термічної обробки рідких, пастоподібних та порошкподібних продуктів, з підведенням або відведенням газів або пари, або без нього, таким чином, щоб в усіх фазах досягався належний обмін матеріалу. Пристрій забезпечує задовільний перемішувальний ефект, навіть якщо матеріали, які підлягають обробці, перебувають у пастоподібному стані.

У документі EP 517 068 описується мішалка, яка включає два обертальні вали на яких спеціально розташовуються перемішувальні пластини,

які мають поліпшені самоочищувальні властивості, поверхню зі збільшеним питомим теплообміном, краще відновлення активної поверхні під час процесів контрольованого дифузії випарювання та а інтенсивніше перемішування під час замішування, включаючи зменшене стискання.

Мішалка згідно з документом EP 528 210 забезпечує великий корисний об'єм та чудові самоочищувальні властивості. Такі типи реакторів є особливо корисними для обробки рідин високої в'язкості та когезійних сипких матеріалів у галузі хімічних технологій.

У документі WO 03/035235 описуються вдосконалення, які стосуються мішалок згідно з документом EP 517 068. Ця заявка також стосується застосування таких мішалок як реакторів для поліконденсації та полімеризації. Ці мішалки мають чіткі відмінності від подвійних міксерів, згаданих у документі US 3 766 155.

Крім мішалок, описаних у вищезгаданих патентних заявках, також існують інші мішалки, які мають такі самі характеристики, як у наведених вище реакторів, зокрема, щодо швидкого відновлення поверхні продукту, що в результаті забезпечує поліпшене відведення летких сполук.

В оптимальному варіанті втілення процесу згідно з винаходом мішалку нагрівають до температури від 160 °C до 220 °C, у ще кращому варіанті - від 175 °C до 200 °C, у найкращому варіанті - від 175 °C до 190 °C.

У придатному процесі згідно з винаходом знижений тиск у мішалці коливається між 50 та 400 гПа, у ще кращому варіанті - між 100 та 300 гПа.

За цих умов під час етапу дегідратації безперервно видаляється вода з розчину, а на етапі поліконденсації - реакційна вода.

У процесі, якому віддають перевагу згідно з винаходом, мішалку наповнюють до рівня від 40 до 90 %, у ще кращому варіанті - від 75 до 85 %.

Рівень наповнення, у комбінації з застосованим зниженим тиском (вакуумом), запобігає надмірному піноутворенню. Водночас розташування змішувальних елементів у мішалці забезпечує швидке відновлення поверхні продукту, що в результаті забезпечує поліпшене відведення реакційної води під час поліконденсації.

Інгредієнти, тобто, сахарид, поліол та кислоту, що служить каталізатором, можуть завантажуватись у реактор одночасно або послідовно. Це означає, що, з одного боку, інгредієнти можуть додаватись у реактор як потоки трьох різних продуктів одночасно, або, з іншого боку, можуть додаватись у реактор як потоки трьох різних продуктів один за одним. Для якомога швидшої гомогенізації інгредієнтів у реакторі додають певну кількість води.

З іншого боку, інгредієнти можуть додаватись у реактор як попередня суміш.

Залежно від вологовмісту та температури, при якій приготують попередню суміш, одержують рідку або пастоподібну суміш.

В оптимальному варіанті втілення способу згідно з винаходом загальний вологовміст завантажених інгредієнтів у реакторі складає від 10 до 30 % (маса/маса), у ще кращому варіанті - від 11 до 20 % (маса/маса).

У процесі, якому віддають перевагу згідно з винаходом, поліолом є сорбіт. Сорбіт в оптимальному варіанті є вибраним з-поміж кристалічного сорбіту, сиропу сорбіту, який кристалізується, або несиропу сорбіту, який не кристалізується. У найкращому варіанті сорбіт є сиропом сорбіту, який належить до типу, що кристалізується.

У придатному процесі згідно з винаходом сахаридом є глюкоза. В оптимальному варіанті глюкозу вибирають з-поміж кристалічного моногідрату декстрази, безводної декстрази, сиропу D99 декстрази або сиропу D96 глюкози. У найкращому варіанті глюкоза є кристалічним моногідратом декстрази.

Кислота, що служить каталізатором, може бути органічною кислотою, в оптимальному варіанті вона може бути лимонною кислотою, винною кислотою, бурштиною кислотою та/або фумаровою кислотою. Або ж кислота, що служить каталізатором, також може бути неорганічною кислотою, в оптимальному варіанті - фосфорною кислотою. У разі застосування випадково зв'язаних полісахаридів для внутрішнього споживання кислоти мають бути харчовими.

Залежно від типу застосовуваного реактора, спосіб згідно з винаходом може здійснюватися безперервно або партіями.

У представлених нижче прикладах пояснюється спосіб згідно з винаходом з застосуванням реакторів-мішалок безперервної або періодичної дії.

#### ПРИКЛАДИ 1 - 3

Першу серію прикладів здійснювали за допомогою мішалки періодичної дії DTB6,5 від LIST AG. Інгредієнти завантажували безпосередньо у реактор DTB6,5. Застосовували таку послідовність додавання інгредієнтів:

- додавання водного сорбіту (30 % (маса/маса) води);
- додавання каталізатора (кислоти);
- додавання кристалічного моногідрату декстрази (9 % (маса/маса) води).

На етапі дегідратації суміш нагрівають під зниженим тиском (у вакуумі) 200 гПа до температури 140°C, і, таким чином, вода з розчину та кристалізаційна (чиста) вода видаляється. Під час етапу поліконденсації температуру мішалки далі підвищують до значень, вказаних у таблиці 1, у якій описуються параметри реакції для прикладів з 1 по 3.

Таблиця 1

Параметри реакції

	Приклад 1	Приклад 2	Приклад 3
Моногідрат декстрази	5,2 кг	4,8 кг	4,8 кг
Сироп сорбіту (70 % (маса/маса) d.s.)	0,74 кг	0,74 кг	0,69 кг
Фосфорна кислота (85 % (маса/маса) d.s.)	13г	6г	6г
Абсолютний тиск (гПа)	200	220	240
Швидкість мішалки (об./хв)	30	30	30
Температура реактора (°C)	182	182	190
Час реакції (хвилини)	30	30	30

У Таблиці 2, представлено огляд характеристик продукту, включаючи дані про склад продукту реакції, вміст відновного цукру, середньозважену молекулярну масу ( $M_w$ ) і колір після реакції та перед очищенням. У порівняльному прикладі приготували полідекстрозу згідно зі способом, описаним у документі US 5 015 000. Склад продукту полідекстрази згідно з документом US 5 015 000, середньозважену молекулярну масу  $M_w$  і колір після реакції та перед очищенням також включено до цієї таблиці 2.

Середньозважену молекулярну масу визначають за допомогою аналізу шляхом GPC (гелепроникної хроматографії) сиропів та мальтодекстринів. Принцип цього способу визначення полягає у тому, що колонку набивають матеріалом вузького гранулометричного складу з контрольованим розміром пор. В основі механізму відокремлення лежить здатність молекул різних розмірів до дифузії крізь пористу структуру в обох напрямках. Для кожного матеріалу набивки існує критичний молекулярний розмір, за верхньою межею якого молекули не можуть надходити до пористої структури = межа виключення. Також існує критичний молекулярний розмір, за нижньою межею якого матеріал набивки не може розрізняти молекули різних розмірів = загальна межа проникнення. Між цими двома межовими значеннями перебуває зона вибіркового проникнення. Час утримання молекул

у колонці є пов'язаним з молекулярним розміром. Чим більшими є молекули, тим коротшим є час утримання у порах, і тим швидше вони елюються.

Склад продукту визначають за допомогою HPLC. Для кількісного визначення сахаридів застосовують катіонообмінну колонку. Різні цукри відокремлюють шляхом молекулярної ексклюзійної та лігандообмінної хроматографії. Цукри виявляють, застосовуючи диференціальний рефрактометр. Цукри елюються таким чином: вищі цукри-трисахариди-дисахариди-декстроза-фруктоза. Різні дисахариди не відокремлюються.

Колір композиції визначають способом ICUMSA. Принцип цього способу ґрунтується на пропущенні білого світла через забарвлений розчин, коли деякі смуги спектра поглинаються, що дозволяє переданій частині створювати візуальний ефект забарвлення. Інтенсивність переданого світла може бути виміряна за допомогою спектрофотометра. Колір виражається в одиницях ICUMSA.

Вміст відновних цукрів у композиції визначають за допомогою титриметричного способу Люффа-Шоорла. Спосіб ґрунтується на зменшенні іонів міді(II) у лужному розчині за допомогою відновних цукрів та додаткового зворотного титрування решти іонів міді(II).

Таблиця 2

Характеристики продукту у періодичному (переривчастому) процесі

	Пор. Приклад	Приклад 1	Приклад 2	Приклад 3
Склад продукту реакції (% (маса/маса))				
Декстроза	3,5	1,5	2,2	1,9
Сорбіт	1,9	1,2	1,4	1,2
DP 2	10,6	7,2	7,9	7,4
DP3	10,3	7,0	7,9	6,7
>DP3	71,1	82,3	79,8	81,9
$M_w$	1158	1582	1426	1659
Вміст відновного цукру (% (маса/маса) d.s.)	6,4	3,2	4,2	2,7
Колір (одиниці ICUMSA)	1230	1004	588	1796
Температура продукту (°C)	180	170	160	180

Ця таблиця чітко пояснює вигідні характеристики, такі, як зниження забарвлення, менше відновних цукрів у комбінації з вищою середньозваже-

ною молекулярною масою ( $M_w$ ). Також спостерігається помітна різниця у >DP 3. Вона також показує, що підвищена температура збільшує >DP 3 та

$M_w$ , але також і забарвлення. Таким чином, зниження температури реакції та/або скорочення часу реакції дає перевагу.

#### ПРИКЛАДИ 4-7

У другій серії прикладів продукти поліконденсації приготують у безперервному режимі з застосуванням DTB мішалки 16 CONTI з випускним пристроєм ADS 25, обидва від LIST AG. Роз-

чин завантажуваних інгредієнтів приготують окремо як попередню суміш у резервуарі зі струшуванням та нагріванням. Суміш перемішують і нагрівають при 110°C, забезпечуючи рідину середньої в'язкості при цій температурі. Цю суміш потім завантажують у реактор безперервної дії.

Умови реакції під час безперервного процесу представлено у Таблиці 3.

Таблиця 3

Параметри реакції

	Приклад 4	Приклад 5	Приклад 6	Приклад 7
Моногідрат декстрази	100 кг	10 кг	100 кг	70 кг
Сироп сорбіту (70 % (маса/маса) d.s.)	14,3 кг	14,3 кг	14,3 кг	10 кг
Фосфорна кислота (85 % (маса/маса) d.s.)	0,25 кг	0,25 кг	0,25 кг	0,18 кг
Вода	0	0	0	3,17 кг
Загальний вологовміст (% (маса/маса))	11,7	11,7	11,7	15,03
Швидкість подачі (кг/год)	18,7	18,7	22,8	16,0
Температура подачі (°C)	110	110	110	110
Температура реактора (°C)	190	200	200	200
Абсолютний тиск (гПа)	100	100	100	250
Швидкість мішалки (об./хв)	30	30	30	20
Рівень наповнення (%)	70-80	70-80	75-85	40-50

У прикладі 5 температуру реактора підвищували від 190°C до 200°C без зміни пропускної здатності. У прикладі 6 температуру підтримували на рівні 200°C зі збільшенням пропускної здатності до 22,8 кг/год. Як показано у Таблиці 3 та Таблиці 4, це має явний вплив на температуру виходу продукту та характеристики продукту. Час утримання в реакторі безперервної дії становив від 35 до 40 хвилин. Характеристики поліконденсатів у прикладах з 4 по 7 показуються у Таблиці 4 і порівнюються з продуктом порівняльним прикладом продукту.

Таблиця 4

Характеристики продукту безперервному процесі

	Пор. Приклад	Приклад 4	Приклад 5	Приклад 6	Приклад 7
Склад продукту					
Декстроза	3,5	0,6	0,5	0,6	0,7
Сорбіт	1,9	1,2	1,2	1,2	1,1
DP 2	10,6	5,4	5,2	5,5	5,4
DP3	10,3	6,3	5,9	6,5	6,
>DP3	71,1	83,3	83,6	83,1	83,2
$M_w$	1230	1907	1845	1682	1790
Відновні цукри (% (маса/маса) d.s.)	6,4	1,8	1,2	1,6	1,9
Колір (одиниці ICUMSA)	1230	980	2897	1272	1077
Темп.виходу продукту (	180	175	186	179	178

Результати безперервного процесу чітко свідчать про низький вміст відновних цукрів та високу молекулярну масу порівняно з продуктом існуючого рівня техніки з порівняльного прикладу. При більш високих значень молекулярної маси спостерігалися подібні або нижчі показники забарвлення,

за винятком прикладу 5. У цьому разі температура продукту на виході є явно вищою. Збільшення пропускної здатності при цій температурі в результаті забезпечує поліпшені кольорові характеристики.