

P.- 60.032

-3 ABR 1974

233139
Case 5572

MEMORIA DESCRIPTIVA

436269

para solicitar PATENTE DE INVENCION

a nombre de PFIZER INC.

Int. Cl. C08B

entidad norteamericana

establecida en 235 East 42nd Street, Nueva York, Nueva
York, Estados Unidos de América

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR POLISACARIDOS Y DERI
VADOS DE POLISACARIDO"
(Clase Internacional C08B)

Prioridad reivindicada: Estados Unidos de América, 5 de
Abril de 1.974 N° 458.079.

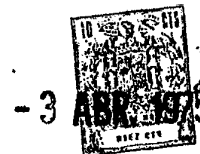
BAD ORIGINAL

P6 0032



El presente invento se refiere a un procedimiento mejorado, conveniente y económico para producir polímeros de condensación comestibles, a partir de sacáridos. Más particularmente, se refiere a un procedimiento para producir polímeros de condensación comestibles, solubles e insolubles, a partir de soluciones acuosas que contienen sacáridos como la glucosa o la maltosa, un ácido policarboxílico comestible y, opcionalmente, un poliol comestible.

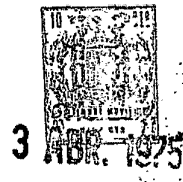
Un procedimiento para preparar estos mismos polímeros de condensación de sacáridos mediante una polimerización esencialmente anhidra de alimentos fundidos, y el uso novedoso de estos materiales al incorporarlos a productos alimenticios como substitutos no nutritivos de hidratos de carbono edulcorantes, substitutos no nutritivos de la harina y el almidón y como agentes grasos adicionales en muchas recetas para elaborar alimentos dietéticos, se describen en la patente estadounidense No. 3.766,165. Sin embargo, el procedimiento del presente invento muestra varias ventajas y características sorprendentes que lo hacen claramente supc-



rior a los procedimientos conocidos.

Se sabe bien que la combinación precisa y la transferencia de sólidos, que se requieren en los procedimientos de la técnica anterior, son más difíciles y costosas en la práctica comercial que tratándose de líquidos o soluciones que tienen la ventaja de que pueden transferirse con facilidad por medio de bombas mecánicas, y medirse de un modo preciso por dispositivos de medición volumétrica. No obstante, comúnmente se evita la incorporación de agua antes de iniciar una polimerización por condensación, pues se supone que suprime la proporción general y retarda el rendimiento del reactor. De manera sorprendente, hemos encontrado que la incorporación de agua aumenta la proporción general de la reacción y facilita el rendimiento del reactor en el procedimiento del presente invento.

En la práctica comercial, los polisacáridos como los productos de poliglucosa y polimaltosa se preparan del modo más eficaz mediante un procedimiento continuo. Sin embargo, el procedimiento anterior de polimerización en fusión requiere de un mezclado y una combinación continuos de las cantidades correctas de los reactivos sólidos, los cuales deben calentarse entonces a una temperatura comprendida entre 110 y 150°C. para que funda la mezcla de reacción. La alimentación fundida debe mantenerse a esta temperatura hasta que se introduce en el reactor de policondensación.



Durante el período de mantenimiento, tiene lugar la formación de un color desagradable, y productos de descomposición oxidante afines tienden a formarse si los reactivos se mantienen en contacto con la atmósfera, especialmente si el período de mantenimiento sobrepasa de una hora. Si la alimentación fundida se mantiene al vacío, la rápida liberación del agua de condensación en forma de vapor tiende a arrastrar partículas sólidas antes de consumarse la fusión, dichas partículas tienden a acumularse y a tapar la línea para el vapor.

El presente invento resuelve estos problemas que son característicos de la fusión de sólidos a escala industrial, ya que el mantenimiento o retención antes de la introducción en el evaporador se hace en solución a temperatura ambiente o a una temperatura ligeramente superior a ésta, sin que se introduzcan partículas sólidas en el evaporador.

Además, de manera inesperada se ha descubierto que el estado fundido y esencialmente anhidro que se requiere para la policondensación puede alcanzarse realmente en un tiempo bastante menor partiendo de la alimentación acuosa, y eliminando el agua al vacío mediante un evaporador eficiente, el cual es necesario sólo para fundir los ingredientes secos. Lo anterior se confirma sobre todo si la fusión va a llevarse a cabo a una temperatura próxima a



la escala de fusión de la mezcla sólida. Si se emplean temperaturas considerablemente superiores a la escala de fusión de la mezcla sólida, puede ocurrir una descoloración de la masa fundida resultante, debido a una escasa transferencia térmica.

Asimismo, el procedimiento del presente invento tiene la clara ventaja económica de que puede emplear, como materiales de partida, soluciones disponibles en el comercio, como son los jarabes de glucosa y de sorbitol, los cuales son considerablemente menos costosos que sus contrapartes a base de sólidos esencialmente anhidros que se requieren en el procedimiento de la patente estadounidense 3.766,165.

De manera sorprendente, con el presente procedimiento se obtiene un producto de calidad superior a la de la alimentación fundida del procedimiento de la técnica anterior, como lo evidencian el color superior y el menor nivel de productos secundarios, como el 5-hidroximetilfurfural. Además, en este nuevo procedimiento puede eliminarse la necesidad de recurrir a etapas subsiguientes de blanqueado o descoloración, como una consecuencia de la considerable reducción en el nivel de masas de color, con economías consiguientes en el tiempo y en los gastos de elaboración. Igualmente, se deduce que al eliminar la necesidad de blanquear con reactivos como el peróxido de hidrógeno, de los



- 3 1480-1975

- 5 -

cuales se sabe que dan lugar a bajos niveles de ácidos volátiles, como productos secundarios [H. S. Isbeell y colaboradores, Carbohydrate Research 26, 287-295 (1973)], se elimina también la introducción de impurezas como el ácido fórmico y el ácido acético. En consecuencia, el producto del presente procedimiento tiene una calidad mejorada de sabor.

La esencia del presente invento reside en el descubrimiento de que pueden producirse ingredientes alimenticios dietéticos útiles mediante un procedimiento mejorado para preparar polisacáridos y derivados de polisacáridos, que consiste en: combinar en una solución acuosa un sacárido comestible seleccionado del grupo que consta de glucosa, maltosa y una mezcla de éstas, junto con 10% de moles de un catalizador a base de ácido policarboxílico aceptable para el alimento y, de modo opcional, del 5 al 20%, basado en el peso de los reactivos totales, de un poliol aceptable para el alimento y seleccionado del grupo que consta de sorbitol, glicerol, xilitol, manitol y galactitol; deshidratar dicha solución a presión reducida hasta que se forma un jarabe esencialmente anhidro; en seguida, calentar el jarabe a presión reducida y a una temperatura de 150° a 300°C., hasta que ocurre una policondensación considerable, mientras se evapora el agua que se forma durante la policondensación, y suspender la policondensación antes de que ocurra



- 7 - APR 1975

una pirólisis de consideración. Este procedimiento mejorado puede emplearse efectivamente para producir un polímero soluble en agua, un polímero insoluble en agua o una mezcla que contenga ambos tipos. Los parámetros que determinan el tipo de polímero que se obtiene estriban en una concentración ácida inicial, temperatura de la reacción y tiempo de la reacción.

Con un material de partida consiste en un sacárido determinado, glucosa por ejemplo, pueden obtenerse dos tipos de polisacáridos mediante el procedimiento del presente invento: un polisacárido soluble en agua que puede usarse para reponer azúcares en alimentos dietéticos, cuando el efecto edulcorante del azúcar se obtiene utilizando edulcorantes artificiales, y un tipo insoluble en agua, en el cual el activador ácido de la polimerización se incorpora al polímero en forma de mitades entrecruzadas. El tipo insoluble puede usarse como sustituto de harinas o almidones en la obtención de alimentos dietéticos.

Debe entenderse que los términos "poliglucosa, polimaltosa y polisacárido", que se emplean al describir el presente invento, indican materiales poliméricos en los cuales la mayoría de las mitades monoméricas consisten en glucosa, maltosa u otros sacáridos, así como materiales poliméricos en los cuales la glucosa, la maltosa u otras mitades de sacárido se esterifican con mitades derivadas de los



ácidos policarboxílicos que se utilizan como activadores de la polimerización.

Los materiales de partida que se emplean en el procedimiento del presente invento son soluciones acuosas de maltosa, glucosa o sus mezclas, aunque también pueden usarse soluciones de otros sacáridos como, por ejemplo, xilosa, ribosa, arabinosa, fructosa, manosa, galactosa, lactosa, celobiosa, etc. En muchos casos, dichas soluciones se encuentran fácilmente disponibles en el mercado. De modo alternativo, las soluciones pueden elaborarse disolviendo una o más de las formas sólidas de glucosa, maltosa, de sus mezclas o de otro sacárido en una cantidad apropiada ya sea de agua o de una solución que contenga uno o más de los otros reactivos, de manera que la concentración total en sólidos, del material alimenticio resultante, esté comprendida, aproximadamente, entre el 30 y el 85% por peso.

Los ácidos que se usan como catalizadores, agentes de entrecruzamiento o activadores de la polimerización pueden ser cualesquiera de entre una serie de ácidos policarboxílicos orgánicos comestibles y relativamente no volátiles. En particular, preferimos emplear los ácidos cítrico, fumárico, tartárico, málico, succínico o adípico, aunque pueden emplearse otros como son los ácidos itacónico, tereftálico, citracónico, citramélico y alfa-cetoglutárico, y anhídridos de ácidos como los siguientes: succínico, adípico,



itaónico y citraónico. La solución puede prepararse disolviendo una forma sólida del ácido en una cantidad apropiada de agua o de una solución que contenga uno o más de los otros reactivos, de manera de alcanzar en la solución del material alimenticio un contenido en sólidos del 30 al 85% por peso.

El ácido o el anhídrido debe ser aceptable como alimento, es decir, agradable al paladar y exento de un efecto nocivo y considerable al nivel de uso ordinario. Los ácidos no comestibles, aunque químicamente adecuados para el procedimiento, no lo son para usarse en la obtención de polisacáridos comestibles. Por lo tanto, la selección del catalizador ácido que se emplee debe ser guiada por los requerimientos de atoxicidad en el humano. Los ácidos inorgánicos no son apropiados para usarse como catalizadores ácidos, pues son demasiado destructores tanto de las entidades monoméricas como de las poliméricas a las temperaturas que se requirieron para llevar a cabo el procedimiento del presente invento. El ácido que se seleccione debe ser relativamente no volátil, ya que los ácidos más volátiles pueden evaporarse durante la deshidratación de la alimentación líquida o durante la fase de policondensación del procedimiento. Los ácidos policarboxílicos que se usan se esterifican en gran medida, aunque de modo incompleto, con el polisacárido en el procedimiento de polimerización, y



- 3

- 9 -

forman ésteres ácidos de polisacáridos, lo cual se evidencia por la acidez residual de estos productos de policondensación después de una diálisis, y por la recuperación del ácido después de la hidrólisis de los productos dializados. La incorporación de las mitades ácidas dentro de los polisacáridos no afecta el hecho de que sean apropiados para el consumo humano.

Probablemente, las mitades ácidas sirven como agentes de entrecruzamiento entre diferentes mitades de polisacáridos en los polímeros insolubles, en tanto que, en los polímeros solubles, cada mitad ácida se esterifica más probablemente para convertirse sólo en una mitad de polisacárido.

Los polioles, que se incluyen opcionalmente en la solución alimenticia son, de preferencia, soluciones de sorbitol, glicerol, eritritol, xilitol, manitol o galactitol, aunque también pueden usarse treitol, ribitol, arabitol, maltitol, lactitol u otro poliol aceptable como alimento. Alternativamente, la solución puede prepararse disolviendo la forma esencialmente anhidra del poliol en una cantidad apropiada de agua o de una solución que contenga uno o más de los otros reactivos, de manera que el contenido total en sólidos del material alimenticio resultante esté comprendido entre el 30 y el 85% por peso.

La solución del material alimenticio que contiene

-3
APR 1975

sacárido, ácido policarboxílico orgánico comestible y, opcionalmente, un poliol comestible tiene, por lo general, una concentración total en sólidos comprendida, aproximadamente, entre el 30% y el 85% por peso y, de preferencia, entre el 65 y el 70% por peso. La concentración precisa que se seleccione depende de ciertos factores como la solubilidad de los reactivos, la viscosidad y la facilidad para bombear la solución hacia el evaporador.

Al llevar a cabo el procedimiento del invento, el sacárido, el catalizador ácido y, si así conviene, el poliol, se combinan en una solución acuosa del material de la alimentación, la cual se mide en un evaporador instantáneo o de película delgada, eficiente, que funciona a presión reducida para concentrar la alimentación a un jarabe esencialmente anhidro. Este se traslada rápidamente a un reactor de policondensación, que también opera a presión reducida y a una temperatura de 150-300°C. El tiempo de permanencia de los reactivos se mantiene de modo que ocurra una policondensación considerable antes de que tenga lugar una pirólisis substancial. El agua que se forma durante la reacción de policondensación es eliminada constantemente por evaporación. En seguida, si así conviene, pueden separarse los tipos soluble e insoluble del producto polimérico.

Al producir polisacáridos insolubles, por ejemplo poliglucosos o polimaltosas insolubles, la concentración



- 11 -

del ácido también puede estar dentro de las escalas que se especifican más adelante en cuanto a la producción de los polisacáridos solubles y que, en especial, es de 2.5 a 10 por ciento de moles de ácido. Sin embargo, al llevar a cabo el presente invento es preferible utilizar concentraciones de ácido comprendidas en la escala aproximada de 4 a 8 por ciento de moles, en la obtención de poliglucosa o de polimaltosa insoluble. Se prefieren estas proporciones, no obstante los requisitos consistentes en una elevada temperatura de reacción y en tiempos de reacción relativamente prolongados, en virtud de que el rendimiento total de las poliglucosas o polimaltosas solubles e insolubles varía entre el 90 y el 99 por ciento a estas proporciones entre azúcar y ácido. Así pues, al aplicar estas proporciones altas, es posible producir, en una mezcla de reacción, un rendimiento comprendido, aproximadamente, entre el 50 y el 60 por ciento de poliglucosa o polimaltosa insoluble y entre el 40 y el 50 por ciento de poliglucosa o polimaltosa soluble. La poliglucosa o polimaltosa soluble en agua puede separarse de la poliglucosa o polimaltosa insoluble contenida en la mezcla de reacción mediante una extracción con agua y una centrifugación posterior. Una ventaja adicional importante del hecho de efectuar la reacción a altas proporciones molares de glucosa o maltosa con respecto al ácido deriva de que los productos resultantes necesitan una escasa neutraliza-

10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65
66
67
68
69
70
71
72
73
74
75
76
77
78
79
80
81
82
83
84
85
86
87
88
89
90
91
92
93
94
95
96
97
98
99
100
101
102
103
104
105
106
107
108
109
110
111
112
113
114
115
116
117
118
119
120
121
122
123
124
125
126
127
128
129
130
131
132
133
134
135
136
137
138
139
140
141
142
143
144
145
146
147
148
149
150
151
152
153
154
155
156
157
158
159
160
161
162
163
164
165
166
167
168
169
170
171
172
173
174
175
176
177
178
179
180
181
182
183
184
185
186
187
188
189
190
191
192
193
194
195
196
197
198
199
200
201
202
203
204
205
206
207
208
209
210
211
212
213
214
215
216
217
218
219
220
221
222
223
224
225
226
227
228
229
230
231
232
233
234
235
236
237
238
239
240
241
242
243
244
245
246
247
248
249
250
251
252
253
254
255
256
257
258
259
260
261
262
263
264
265
266
267
268
269
270
271
272
273
274
275
276
277
278
279
280
281
282
283
284
285
286
287
288
289
290
291
292
293
294
295
296
297
298
299
300
301
302
303
304
305
306
307
308
309
310
311
312
313
314
315
316
317
318
319
320
321
322
323
324
325
326
327
328
329
330
331
332
333
334
335
336
337
338
339
340
341
342
343
344
345
346
347
348
349
350
351
352
353
354
355
356
357
358
359
360
361
362
363
364
365
366
367
368
369
370
371
372
373
374
375
376
377
378
379
380
381
382
383
384
385
386
387
388
389
390
391
392
393
394
395
396
397
398
399
400
401
402
403
404
405
406
407
408
409
410
411
412
413
414
415
416
417
418
419
420
421
422
423
424
425
426
427
428
429
430
431
432
433
434
435
436
437
438
439
440
441
442
443
444
445
446
447
448
449
450
451
452
453
454
455
456
457
458
459
460
461
462
463
464
465
466
467
468
469
470
471
472
473
474
475
476
477
478
479
480
481
482
483
484
485
486
487
488
489
490
491
492
493
494
495
496
497
498
499
500
501
502
503
504
505
506
507
508
509
510
511
512
513
514
515
516
517
518
519
520
521
522
523
524
525
526
527
528
529
530
531
532
533
534
535
536
537
538
539
540
541
542
543
544
545
546
547
548
549
550
551
552
553
554
555
556
557
558
559
560
561
562
563
564
565
566
567
568
569
570
571
572
573
574
575
576
577
578
579
580
581
582
583
584
585
586
587
588
589
590
591
592
593
594
595
596
597
598
599
600
601
602
603
604
605
606
607
608
609
610
611
612
613
614
615
616
617
618
619
620
621
622
623
624
625
626
627
628
629
630
631
632
633
634
635
636
637
638
639
640
641
642
643
644
645
646
647
648
649
650
651
652
653
654
655
656
657
658
659
660
661
662
663
664
665
666
667
668
669
670
671
672
673
674
675
676
677
678
679
680
681
682
683
684
685
686
687
688
689
690
691
692
693
694
695
696
697
698
699
700
701
702
703
704
705
706
707
708
709
710
711
712
713
714
715
716
717
718
719
720
721
722
723
724
725
726
727
728
729
730
731
732
733
734
735
736
737
738
739
740
741
742
743
744
745
746
747
748
749
750
751
752
753
754
755
756
757
758
759
760
761
762
763
764
765
766
767
768
769
770
771
772
773
774
775
776
777
778
779
780
781
782
783
784
785
786
787
788
789
790
791
792
793
794
795
796
797
798
799
800
801
802
803
804
805
806
807
808
809
810
811
812
813
814
815
816
817
818
819
820
821
822
823
824
825
826
827
828
829
830
831
832
833
834
835
836
837
838
839
840
841
842
843
844
845
846
847
848
849
850
851
852
853
854
855
856
857
858
859
860
861
862
863
864
865
866
867
868
869
870
871
872
873
874
875
876
877
878
879
880
881
882
883
884
885
886
887
888
889
890
891
892
893
894
895
896
897
898
899
900
901
902
903
904
905
906
907
908
909
910
911
912
913
914
915
916
917
918
919
920
921
922
923
924
925
926
927
928
929
930
931
932
933
934
935
936
937
938
939
940
941
942
943
944
945
946
947
948
949
950
951
952
953
954
955
956
957
958
959
960
961
962
963
964
965
966
967
968
969
970
971
972
973
974
975
976
977
978
979
980
981
982
983
984
985
986
987
988
989
990
991
992
993
994
995
996
997
998
999
1000

ción o, si acaso, ninguna, en tanto que la neutralización de niveles ácidos excesivos introduce concentraciones de sal inaceptables en un producto destinado a usarse en alimentos.

La obtención de una gran proporción de polisacáridos solubles, como los polímeros de glucosa o maltosa solubles requiere, por lo común, de una concentración del catalizador ácido comprendida, aproximadamente, entre el 0.1 y el 10 por ciento de moles; nosotros preferimos emplear entre el 0.5 y el 5 por ciento de moles. A medida que aumenta la cantidad del ácido, aumenta también el grado del entrecruzamiento del ácido y la proporción de poliglucosa o polimaltosa insoluble en agua. Cuando las concentraciones de ácido son innecesariamente altas, pueden surgir problemas para neutralizar el exceso de ácido presente en la mezcla del producto final. Como deben observarlo los expertos en la técnica, la cantidad de ácido necesaria para una polimerización determinada, la duración de la polimerización, la temperatura de la polimerización y la naturaleza de los productos que se desean son interdependientes. La selección de la cantidad de ácido que va a usarse en este invento debe tener en cuenta estos factores.

La inclusión de un poliol aceptable como alimento, como el sorbitol en las mezclas de reacción de sacárido y ácido carboxílico, antes de la policondensación, da lugar a productos superiores. En la mayoría de los casos, el 90% o

más del poliol no puede aislarse del producto de la condensación, lo que demuestra que ha sido incorporado químicamente al polímero. Estos aditivos funcionan como plastificantes internos para reducir la viscosidad y también deparan un color y un gusto mejorados. Lo anterior se evidencia, por ejemplo, al manufacturar un dulce duro a partir de dichos polímeros de condensación, en el cual las propiedades reológicas de la fusión mejoran durante la elaboración, la formación de espuma se reduce al mínimo y se obtiene un producto de mejor gusto y de color más claro. Además del sorbitol, otros polioles aceptables como alimentos incluyen glicerol, eritritol, xilitol, manitol y galactitol. Concentraciones del poliol comprendidas, aproximadamente, entre el 5 y el 20% por peso de los reactivos totales deparan dichas ventajas, prefiriéndose niveles de alrededor del 8 al 12% por peso de los reactivos totales.

La evaporación de la solución acuosa del material de la alimentación hasta convertirse en un jarabe esencialmente anhidro, así como la reacción de policondensación, se llevan a cabo de la mejor manera a una presión inferior a la atmosférica. Las presiones absolutas que se prefieren para estas dos etapas no exceden de 300 mm de Hg., v.gr.: de 10^{-5} a 100-300 mmg de Hg., y pueden obtenerse empleando una bomba de vacío, un expulsor de chorro de vapor, un aspirador u otro dispositivo convencional.



La temperatura que se emplea para que la solución acuosa del material de la alimentación se evapore hasta un jarabe esencialmente anhidro se mantiene, de modo conveniente, a menos de 100°C. y de preferencia, entre 50 y 100°C. La etapa de evaporación puede llevarse a cabo en un evaporador separado del tipo de película delgada seca o en un evaporador instantáneo. Alternativamente, la evaporación puede efectuarse en la sección inicial de un reactor de corriente continua, destinado a manipular materiales sumamente viscosos; las secciones subsiguientes del reactor, ajustadas dentro de la escala de temperatura especificada, pueden usarse para efectuar la policondensación, llevándose a cabo ambas operaciones en un reactor.

En cuanto a la etapa de policondensación de este invento, el tiempo y la temperatura de reacción son variables interdependientes. La temperatura óptima para la policondensación depende de la proporción inicial entre el sacárido, v.gr.: glucosa, y el ácido policarboxílico orgánico que se use, del tiempo de la reacción y de la proporción entre el polisacárido soluble y el polisacárido insoluble que convenga en la mezcla del producto final. La exposición térmica (tiempo y temperatura de reacción) debe ser la mínima que se requiera para obtener el producto de policondensación conveniente, ya que la descoloración, la caramelización y la degradación aumentan con una exposición prolongada.



gada a una temperatura elevada. Sin embargo y por fortuna, a medida que aumenta la temperatura de la polimerización, disminuye el tiempo necesario para lograr una polimerización materialmente completa. Por lo tanto, el procedimiento del presente invento puede desarrollarse con una temperatura de polimerización de alrededor de 160°C . y con una duración de reacción aproximada de 8 horas, así como a una temperatura de 140°C . y con una duración de reacción de 24 horas, obteniéndose, aproximadamente, el mismo grado resultante de polimerización. En una polimerización continua, también se alcanzan resultados comparables a una temperatura comprendida entre 190 y 300°C . en 10 minutos o menos.

Por lo general, no se requiere una purificación química de los productos del presente invento. Cuando se producen polisacáridos insolubles y solubles juntos, puede ser necesaria la separación.

En ciertas aplicaciones puede convenir la neutralización de los polisacáridos, a pesar de los niveles muy bajos de catalizador ácido que se empleen. Por ejemplo, cuando las poliglucosas van a usarse en alimentos dietéticos que contienen leche entera, puede haber un exceso de ácido en las poliglucosas no neutralizadas que tiende a cuajar la leche. Tratándose de poliglucosas o polimaltosas solubles, sus soluciones se neutralizan directamente. Esta neutralización puede llevarse a cabo incorporando carbonatos de potasio, sodio, calcio o magnesio a las soluciones de



- 3 ABR. 1975

poliglucosa o polimaltosa. Cuando el sodio y el potasio se usan juntos, puede emplearse una mezcla fisiológicamente equilibrada. El contenido en sal de una solución característica de poliglucosa que se ha ajustado a un pH de 5 a 6 es del 0.5 al 1.0 por ciento. Otros materiales que pueden utilizarse para ajustar el pH de soluciones de poliglucosa o polimaltosa soluble incluyen: L-lisina, d-glucosamina, N-metil glucamina e hidróxido de amonio. De estos compuestos, los dos primeros son materiales naturales y no deben objetarse como ingredientes de alimentos dietéticos y el último compuesto, que es rápidamente excretado por el cuerpo en forma de urea, no debe considerarse objetable como ingrediente en alimentos dietéticos. La N-metil glucamina se emplea como agente de solubilización para sustancias farmacéuticas y no debe objetarse como ingrediente en alimentos dietéticos. Otros métodos para reducir la acidez de las soluciones de polisacárido son la diálisis y el intercambio de iones.

Cuando la poliglucosa insoluble va a usarse como sustituto de la harina en alimentos dietéticos debe molerse o subdividirse mecánicamente, de modo que muestre una consistencia semejante a la de la harina de trigo. De manera característica se usa un material de malla 325 como sustituto de la harina de trigo.



Las soluciones de poliglucosa o polimaltosa soluble son casi insípidas y la poliglucosa insoluble es un polvo de color blanco desteñido y de gusto suave.

La mayoría de las poliglucosas que se producen en el presente invento tienen un peso molecular promedio de 1,500 a 36,000. Las poliglucosas solubles que se obtienen, según se ha observado, tienen un peso molecular promedio de 1,500 a 18,000, y las poliglucosas insolubles que se producen en este invento tienen un peso molecular promedio de 6,000 a 36,000.

El peso molecular medio, determinado experimentalmente, de las poliglucosas que se obtienen en el presente invento varía de 1,000 a 24,000, encontrándose la mayor parte de los pesos moleculares en la escala de 4,000 a 12,000. Estos pesos moleculares medios se determinan por el método modificado reductor del grupo final, de acuerdo con Isbell (J. Res. Natl. Bur. Standards 24,241 (1940)). Este método se basa en la reducción del reactivo citrato de cobre alcalino. Los valores de peso molecular medio se computan sobre la base de una normalización con gentiobiosa, suponiendo que cantidades equimolares de poliglucosa y de gentiobiosa tengan, aproximadamente, el mismo poder reductor y suponiendo un grupo final reductor por molécula. El peso molecular medio determinado de este modo parece ser una cifra erróneamente baja, que recalca el extremo inferior de la distribu-

10
- 3 - ABR - 1975

ción del peso molecular de los productos de policondensación que tienen amplias distribuciones del peso molecular. Cuando el método modificado de grupo final reductor se emplea para determinar el peso molecular medio del dextrano comercial de uso clínico, que tiene un peso molecular medio conocido de 40,000 \pm 3,000, el método de grupo final reductor da lugar a un peso molecular medio de 25,600. Por esta razón se considera apropiado multiplicar los pesos moleculares medios, encontrados por el método modificado de grupo final reductor, por 1.5. Por lo tanto, los valores de peso molecular medio se conocen como peso molecular medio aparente cuando han sido determinados por el método modificado de grupo final reductor que se bosqueja en la presente. Estos pesos moleculares medios aparentes se indican como \bar{M}_n . Cuando el sorbitol u otro poliol se incorpora a la mezcla de polimerización, dicho agente tiende a incorporarse en el extremo de la cadena polimérica, caso en el cual resultan imprecisas las determinaciones de peso molecular basadas en los métodos de grupo final. En consecuencia, con estos polímeros de policondensación muchos otros métodos bien conocidos para determinar el peso molecular.

Los lípidos que predominan en las poliglucosas son principalmente los de 1-6, aunque pueden ocurrir otros lípidos. En las poliglucosas solubles, cada uno de los hidroxilos \pm 6 se oxidará para convertirse en poli-



glucosa. Cuando la mitad ácida se esterifica en más de una mitad de poliglucosa, aparece un entrecruzamiento.

Las poliglucosas sintéticas, preparadas por el método del presente invento, no son afectadas por las enzimas amilolíticas como las amilo(1,4)glucosidasas, amilo(1,4, 1.6) glucosidasas, amilo(1,4)dextrinasas y amilo(1,4)-maltosidasas, así como las alfa- y beta-glucosidasas, sucrasa y fosforilasa. Unos estudios rastreadores radioactivos y sobre la nutrición en animales demuestran también que estas poliglucosas son materialmente no calóricas.

Las poliglucosas y polimaltosas solubles son útiles para impartir las propiedades físicas de alimentos naturales, independientemente de la dulzura, a alimentos dietéticos de los cuales se han extraído los azúcares naturales que se han substituido por edulcorantes artificiales o por otros. Por ejemplo, en los artículos horneados, los nuevos polisacáridos afectan la reología y la textura de una manera análoga a la azúcar, a la cual pueden substituir como un agente emulsor de volumen. Los usos característicos de las poliglucosas solubles se encuentran en jaleas de bajas calorías, compotas, conservas, mermeladas y mantequillas de frutas; en composiciones alimenticias dietéticas congeladas que incluyen; helados, leche helada, sorbetes; en artículos horneados, por ejemplo tortas, galletas, hojaldres y otros productos alimenticios que contienen trigo u otra harina;



en merengues, dulces y goma de mascar; en bebidas, como las bebidas suaves no alcohólicas y extractos de raíces; en jarabes; en capas finales de betún, salsas y budines; en aderezos de ensaladas como agentes formadores de volumen, para composiciones edulcorantes secas de bajas calorías que contienen ciclamato o sacarina.

El uso de las poliglucosas de este invento permite eliminar del 20 al 100% de la grasa normal, del aceite o de los componentes de triglicérido graso del alimento. Naturalmente, el grado de eliminación de la grasa, el aceite o los triglicéridos grasos varía según el tipo de alimento, por ejemplo, en una salsa francesa para ensalada es posible eliminar por completo el componente oleoso que se incluye normalmente. En capas de chocolate, mezclas de helados y betunes batidos, del 20 al 50% de la grasa, aceite o triglicérico puede eliminarse, sin dejar de conservar las características alimenticias necesarias como son la textura, el brillo, la viscosidad y el gusto del producto alimenticio.

Como se menciona previamente, además de substituir la azúcar en muchas recetas, hay un notable efecto de economía de harina y/o de grasa, que es posible sin que disminuya la calidad del alimento, lo cual, por supuesto, aporta una mayor reducción en el valor calórico total del alimento.

Las poliglucosas insolubles son útiles como substitutos de la harina en tortas, galletas, panes, hojaldres



y otros productos horneados que incluyen harinas derivadas de trigo, maíz, arroz o patas, así como productos horneados que normalmente contienen harina de trigo entero, centeno, soya, avena o harina de haba. Además, las poliglucosas insolubles son útiles en materiales alimenticios no leudados, como los tallarines y los macarrones, o como vehículo en picadillos de carne y en puré de papas, así como para otros usos en los cuales pueda usarse harina como ingrediente.

Cuando las poliglucosas y polimaltosas de este invento se incorporan a alimentos dietéticos, los alimentos resultantes conservan las cualidades de ser agradables al paladar y de excitar el apetito que tienen sus contrapartes naturales. Además, el valor calorífico de estos alimentos dietéticos disminuye considerablemente por el hecho de que los productos del presente invento se han empleado para sustituir azúcares, almidones y grasas que se contienen en las contrapartes naturales de los alimentos dietéticos.

Unas ilustraciones de las aplicaciones alimenticias antes citadas de los polisacáridos solubles e insolubles del presente invento se ofrecen en la patente estadounidense 3.766,165, sin que deba interpretarse en modo alguno que el presente invento está limitado a los ejemplos contenidos en dicha patente.



Debe entenderse que los expertos en la técnica pueden hacer varios cambios en los detalles, materiales y etapas que se describen e ilustran en la presente para explicar la naturaleza del invento, dentro del principio y alcance de éste, según se expresa en las cláusulas anexas.

El presente invento se comprenderá de un modo más completo a la luz de los siguientes ejemplos específicos, los cuales se ofrecen como ilustración y no en un sentido limitativo.

EJEMPLO 1

Poliglucosa Citrada Con Sorbitol Mediante un Procedimiento de Alimentación Acuosa

Se prepara un material de alimentación acuoso al 65 por ciento por peso, disolviendo 202 kgs. de dextrosa, 32 kgs. de una solución de sorbitol al 70% y 2.2 kgs. de ácido cítrico anhidro, en 112 kgs. de agua desionizada. La solución resultante se introduce en un Evaporador Pfaudler de Película Enjugada de $.37 \text{ m}^2$, que se mantiene a un vacío de 50.6 cms, y a una presión de camisa de vapor de 7 atmósferas. La velocidad de la alimentación se regula de manera que la salida de la alimentación deshidratada sea de 59 kgs por hora. Se encuentra que una muestra representativa de la alimentación deshidratada tiene 97.5% de sólidos totales; un color Gardner (en solución acuosa al 10% p/p) menor de 1; una transmisión a 490 m μ (en solución acuosa al 10% p/p) de 100%; y 0.00% de levoglucosan.



La alimentación deshidratada se conduce continuamente a una mezcladora continua, de doble brazo, accionada por vacío y de 7.079 litros (Mezcladora Baker-Perkins Continua para Múltiples Usos). La presión se mantiene a 75-100 mm de Hg.; la temperatura, medida en varias zonas de la unidad varía de 115° a 245°C. La velocidad de la alimentación se ajusta para obtener un tiempo de permanencia de alrededor de 5 minutos. El producto de color blanco desteñido es completamente soluble en agua. Se determinaron los siguientes datos para el polímero:

Valor de reducción (Munson & Walker)	8.5
Color Gardner (solución al 10% p/p)	1.2
% de Transmisión a 490 mμ	95.7
% de 5-Hidroximetilfurfural	0.055
pH (solución al 5% p/p)	2.9
Equivalente de ácido (mg de NaOH por gramo)	4.0

EJEMPLO 2

Comparación de una Alimentación Acuosa Evaporada con una Alimentación Hecha por el Método de Fusión

A. Alimentación hecha por la evaporación de una solución acuosa:

Condiciones: evaporador Pfaudler de película enjugada, de .57 m². accionado a un vacío de 50.8 cas, y a una presión de canisa de vapor de 7 atmósferas. Temperatura máxima de la alimentación: 100°C. La misma composición que en el Ejemplo 1.

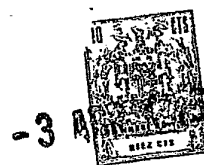
- 3 ABR. 1975

<u>Prueba</u>	<u>Velocidad de Producción de la Alimentación Deshidratada, kgs/hora</u>	<u>% de Sólidos Totales</u>	<u>Color, Solución al 10% p/p</u>		
			<u>Color Gardner</u>	<u>% de Trans. a 490 mμ</u>	<u>% de Levo-glucosa</u>
i	31	99.4	<1	97.2	0.02
ii	47	99.0	<1	100	huellas
iii	59	97.6	<1	100	0.00
iv	73	96.8	<1	100	0.00
v	88	96.1	<1	100	0.00
vi	105	94.8	<1	100	0.00
<u>Alimentación acuosa</u>	---	65.0	<1	100	0.00

B. Alimentación hecha por el método de fusión.

Condiciones: la fusión se llevó a cabo en un transportador de tornillo con camisa de vapor (Fundidor de Alimentación Rietz ThermascREW), a presión atmosférica, a una presión de vapor de camisa de vapor de 1.75 atmósferas. Temperatura de fusión: 125 ± 5°C.

Composición de la Alimentación: 404 kgs. de monohidrato de glucosa, 45 kgs. de sorbitol, 4.5 kgs. de ácido cítrico. Con el contenido en sólidos totales tanto de la alimentación como de la masa fundida es de 92% por peso. Los componentes de la



alimentación se combinaron en seco y luego se introdujeron en forma continua en el Fundidor. Unas muestras representativas de la alimentación fundida se enfriaron y molieron en una Mezcladora Waring. Se obtuvieron los siguientes datos en muestras tomadas de seis pruebas.

<u>Prueba</u>	<u>Color Gardner, Sol. 10% p/p.</u>	<u>% de Levoglucosan*</u>
i	1-2	0.34
ii	1-2	huellas
iii	1-2	0.54
iv	1-2	0.62
v	1-2	0.62
vi	2	0.74
Sólidos de la alimentación antes de la fusión	<1	0.00

*El Levoglucosan (1,6-anhidro-D-glucosa) se determinó mediante la sililación de la GLC en una columna Supercoport de mallas 60-80, al 10% de OV-1 y de 12.70 x 3.175 mm, a 205°C. En estas condiciones, el tiempo de retención del levoglucosan fue de alrededor de 4.5 minutos.

EJEMPLO 3

Correlación de la Calidad de la Poliglucosa Soluble en Agua, Modificada con Sorbitol, como Función del Método de Preparación de la Alimentación.



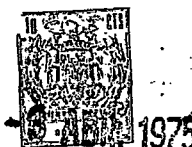
A. Poliglucosa preparada a partir de muestras de la alimentación deshidratada del Ejemplo 2A.

Unas muestras representativas, de 2.0 g cada una, de las alimentaciones deshidratadas i-v del Ejemplo 2A se colocaron en tubos de ensayo separados. Cada tubo se conectó a un colector de vacío a 50.8 cms. de vacío. Los tubos se sumergieron en un baño de aceite a 200° C. durante 5.0 minutos. Se obtuvieron los siguientes datos de los productos:

Prueba	Valor de Reducción, según Munson & Walker	Color de una Solución al 10% p/p		
		Color Gardner	% de Trans., 490 mμ	% de 5Hidroximetilfurfural*
i	14.1	1-2	95.0	0.080
ii	7.4	1-2	96.5	0.051
iii	13.3	1-2	92.5	0.094
iv	8.5	1-2	95.7	0.055
v	<u>8.7</u>	<u>1-2</u>	<u>94.5</u>	<u>0.064</u>
Medio	10.4	1-2	94.8	0.069

*Determinado por la comparación del $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ a 283 mμ de la muestra con el del 5-hidroximetilfurfural puro:

$$\% \text{ de HMF} = \frac{E_{1\text{cm}}^{1\%} (\text{muestra})}{13.35}$$



B. Poliglucosa que se prepara a partir de las muestras de alimentación fundidas del Ejemplo 2B.

Unas muestras representativas, de 2.0 g cada una, de las alimentaciones fundidas i-v del Ejemplo 2B se convirtieron en polímero soluble en agua, como se describe en la Parte A de este Ejemplo. De los productos resultantes se obtuvieron los datos siguientes:

Prueba	Valor de Reducción, según Munson & Walker	Color de una Solución al 10% p/p		
		Color Gardner	% de Trans., 490 mμ	% de 5-Hidroximetilfurfural
i	9.9	2-3	87.9	0.092
ii	8.1	2-3	85.9	0.085
iii	8.2	2-3	88.9	0.100
iv	13.0	2-3	88.0	0.079
v	<u>7.5</u>	<u>2-3</u>	<u>90.0</u>	<u>0.071</u>
Medio	9.3	2-3	88.1	0.085

EJEMPLO 4

Poliglucosa tartarada con sorbitol por la policondensación de una alimentación acuosa deshidratada.

Quinientos gramos de una solución (70% de sólidos totales) que contiene dextrosa, sorbitol y ácido tartárico en la proporción de 89%10:1 por peso seco, se introduce lentamente en un evaporador giratorio hecho totalmente de



vidrio (Rotovapor, Fisher, Catálogo No. 9-548-150), por medio de un tubo de entrada de la alimentación. El sistema se mantiene a una presión de 15-30 mm de Hg. El matraz giratorio se sumerge en un baño de agua hirviente. La solución de alimentación acuosa se evapora instantáneamente de esta manera en un lapso de 30 a 45 minutos, para obtener un residuo casi incoloro. Mientras está bajo una atmósfera de nitrógeno, el matraz que contiene a la alimentación deshidratada se coloca en un baño de aceite a 170°C., y se calienta a una temperatura de baño de 165-170°C. y a una presión de 25-50 mm de Hg durante 4 horas. El polímero soluble en agua resulta se compara muy favorablemente con el producto que se obtiene en el Ejemplo 1. Cuando se compara con una muestra de poliglucosa tartarada soluble, hecha exactamente de la misma manera pero partiendo de una alimentación fundida de igual proporción de sólidos, el producto de este ejemplo es superior en color, tiene un menor contenido en 5-hidroximetilfurfural (determinado del $\frac{1\%}{1\text{cm}}$ a 285 mp), y se considera que tiene un sabor más suave.

EJEMPLO 5

Poliglucosa tartarada con el 20% de sorbitol, por la policondensación de una alimentación acuosa.

El procedimiento del Ejemplo 4, en el cual el contenido en sorbitol aumenta al 20% por peso con una reducción proporción en dextrosa, produce una poliglucosa muy semejante



a la obtenida en el Ejemplo 4.

EJEMPLO 6

Preparación continua de poliglucosa citrada con sorbitol, a partir de una solución acuosa de alimentación, por deshidratación y policondensación en el mismo reactor.

908 kilogramos de una solución acuosa que contiene 567 kilogramos de glucosa, 63 kilogramos de sorbitol y 6.3 kilogramos de ácido cítrico, se ponen en un tanque de retención adecuado. La solución se bombea del tanque a la entrada de un elaborador vertical de película delgada, destinado a manipular tanto la desolventización de materiales viscosos como la policondensación. El elaborador funciona a una presión de 20 a 30 mm de Hg. La sección superior del elaborador se mantiene a una temperatura de 85 a 100°C. La sección inferior se mantiene a una temperatura máxima de 245°C. El vapor de agua se separa mediante un condensador, cuya toma se instala arriba de la entrada para la alimentación líquida. El producto viscoso fundido se descarga en el fondo mediante una bomba destinada a movilizar polímeros sumamente viscosos.

La poliglucosa citrada que se obtiene es esencialmente idéntica al producto del Ejemplo 1, y muestra propiedades superiores cuando se compara con muestras análogas de poliglucosa citrada hecha por el procedimiento de alimentación fundida que se describe en la patente estadounidense No. 3.766,165.

EJEMPLO 7

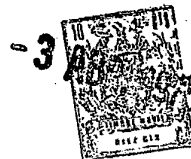
Polimerización de una alimentación acuosa de maltosa con ácido cítrico.

Se prepara una solución con 285 gramos de monohidrato de maltosa y 15 gramos de ácido cítrico, disolviéndolos en 100 gramos de agua desionizada. Esta solución se evapora en un evaporador giratorio de la manera que se expone en el Ejemplo 4. En seguida, la mezcla deshidratada se calienta a 160°C. y a una presión de 10 a 15 mm de Hg durante 7 horas. El polímero resultante es de color considerablemente más claro, pero tiene un contenido notablemente menor en 5-hidroximetilfurfural y una calidad de sabor superior, cuando se le compara con productos análogos elaborados por el procedimiento de polimerización en fusión de la técnica anterior. Por lo demás, los productos obtenidos mediante los dos procedimientos no muestran diferencias de consideración.

EJEMPLO 8

Poliglucosa citrada soluble, por el procedimiento de alimentación acuosa.

Se prepara una solución de quinientos gramos (65% de sólidos totales) que contiene 315 g de dextrosa y 10 g de ácido cítrico en 175 g de agua. La solución se evapora instantáneamente, como se describe en el Ejemplo 4. La mezcla resultante deshidratada se pone en un baño de aceite a



170°C., y se mantiene a 165-170°C. y a una presión de 20 mm de Hg durante cuatro horas y luego se enfría a temperatura ambiente. La poliglucosa citrada que resulta es completamente soluble en agua. Cuando se compara con un producto análogo, hecho por medio de una polimerización en fusión, muestra propiedades considerablemente mejores de color y sabor y tiene un contenido reducido en 5-hidroximetil furfural.

EJEMPLO 9

Poliglucosa fumarada soluble, mediante el procedimiento de alimentación acuosa.

Se repite el procedimiento del Ejemplo 8, empleando una solución acuosa que contiene 10 g de ácido fumárico comestible en lugar de ácido cítrico. La poliglucosa que se forma se asemeja mucho al producto del Ejemplo 8 y muestra las mismas mejoras en color, sabor y contenido en 5-hidroximetil furfural, cuando se compara con una poliglucosa fumarada análoga elaborada por medio de una polimerización en fusión.

EJEMPLO 10

Poliglucosa soluble catalizada con ácido málico, por el procedimiento de alimentación acuosa.

Se repite el procedimiento del Ejemplo 8, utilizando una solución acuosa que contiene 10 g de ácido málico en lugar de ácido cítrico. La poliglucosa que se forma tiene



gran semejanza con el producto del Ejemplo 8 y muestra las mismas mejoras en color, sabor y contenido en 5-hidroximetilfurfural, cuando se compara con una poliglucosa análoga catalizada con ácido málico, que se prepara por una polimerización en fusión.

EJEMPLO 11

Poliglucosa succinada soluble, por el procedimiento de alimentación acuosa.

Se prepara una solución con 190 g de monohidrato de glucosa y 10 g de ácido succínico, disolviendo en 135 ml de agua. La solución se evapora como se describe en el Ejemplo 4 y luego se calienta a 150°C., a una presión de 5 mm de Hg durante 18 horas. La poliglucosa soluble en agua que se forma se compara entonces con un producto comparable hecho mediante una polimerización en fusión. El producto de alimentación acuosa muestra las mismas ventajas que se describen en cuanto al producto del Ejemplo 8.

EJEMPLO 12

Poliglucosa soluble de adipato, mediante el procedimiento de alimentación acuosa.

Se repite el procedimiento del Ejemplo 11, utilizando una solución acuosa que contiene 10 g de ácido adípico comestible, en lugar de ácido succínico, con resultados esencialmente iguales.

-3 ABR.



- 33 -

EJEMPLO 13

Poliglucosa fumarada con sorbitol, mediante un procedimiento continuo de alimentación acuosa.

Se prepara una solución acuosa al 65% de un material de alimentación, que contiene 50kgs. de monohidrato de dextrosa, 5 kgs. de monohidrato de sorbitol y 1.7 kgs. de ácido fumárico. La solución se introduce continuamente en un evaporador de película enjugada, de 0.0929 m^2 , que se mantiene a $90-100^\circ \text{C}$. A su vez, el efluente viscoso se introduce en un reactor de vacío, de película enjugada, de 0.0929 m^2 , calentado a $220-295^\circ \text{C}$. Todo el sistema se mantiene a 300 mm de Hg de presión. La proporción de la alimentación que se introduce en el evaporador se ajusta de manera que el tiempo de retención en todo el sistema sea de 4 a 10 minutos. Unas pruebas de comparación con el mismo producto, hechas por medio de una polimerización en fusión, muestran de nuevo las citadas mejoras en color, sabor y contenido en 5-hidroximetil furfural, siendo idénticas las demás propiedades.

EJEMPLO 14

Poliglucosa fumarada con sorbitol, mediante un procedimiento continuo de alimentación acuosa.

El procedimiento del Ejemplo 13, en el cual el nivel de sorbitol que hay en la alimentación se reduce al 5% por peso de los sólidos totales, produce una poliglucosa



muy semejante a la que se obtiene en el Ejemplo 13 y con iguales ventajas en comparación con un producto comparable de polimerización en fusión.

EJEMPLO 15

Poliglucosa fumarada con eritritol, por un procedimiento continuo de alimentación acuosa.

El procedimiento del Ejemplo 13, en el cual el sorbitol es substituido por un peso igual de eritritol, produce una poliglucosa con características y ventajas análogas a las del producto del Ejemplo 13.

EJEMPLO 16

Poliglucosa fumarada con glicerol, por el procedimiento continuo de alimentación acuosa.

El procedimiento del Ejemplo 13, en el cual el sorbitol es substituido por un peso igual de glicerol, produce una poliglucosa que tiene características y ventajas semejantes a las del producto del Ejemplo 13.

EJEMPLO 17

Poliglucosa tartarada con xilitol, por el procedimiento de alimentación acuosa.

El procedimiento del Ejemplo 4, en el cual el sorbitol es substituido por un peso igual de xilitol, produce una poliglucosa que posee características y ventajas análogas a las del producto del Ejemplo 4.



EJEMPLO 18

Poliglucosa tartarada con manitol, por el procedimiento de alimentación acuosa.

El procedimiento del Ejemplo 4, en el cual el sorbitol es substituido por un peso igual de manitol, produce una poliglucosa que tiene características y ventajas análogas a las del producto del Ejemplo 4.

EJEMPLO 19

Poliglucosa tartarada con galactitol, por el procedimiento de alimentación acuosa.

El procedimiento del Ejemplo 4, en el cual el sorbitol es substituido por galactitol, y la solución inicial contiene dextrosa, galactitol y ácido tartárico en la proporción de 94:5:1 por peso seco, produce una poliglucosa de características y ventajas semejantes a las del producto del Ejemplo 4.

EJEMPLO 20

Mezcla de Poliglucosas citradas solubles e insolubles, por el procedimiento de alimentación acuosa.

Se prepara una solución que contiene 320 g de D-glucosa y 25 g de ácido cítrico en 230 ml de agua.

Un matraz de dos litros de capacidad y tres cuellos, se equipa con un agitador, un termómetro, un embudo cuentagotas y un condensador adaptado para destilación. El matraz se sumerge en un baño de aceite a 170°C. y el sistema



se evacua a una presión de 20-25 mm de Hg. La agitación se inicia y la solución acuosa se introduce en el matraz en un lapso de 30 a 45 minutos, durante el cual se evapora el volumen de agua. La agitación continúa hasta que la mezcla se vuelve muy pegajosa. En seguida, los reactivos se mantienen a 170°C. por 18 horas. El polímero crudo se muele y se separa en fracciones soluble en agua (35%) e insoluble en agua (65%).

Los productos se asemejan mucho a sus contrapartes que se preparan por polimerización en fusión; sin embargo, los productos de este ejemplo son de un color considerablemente más claro.

EJEMPLO 21

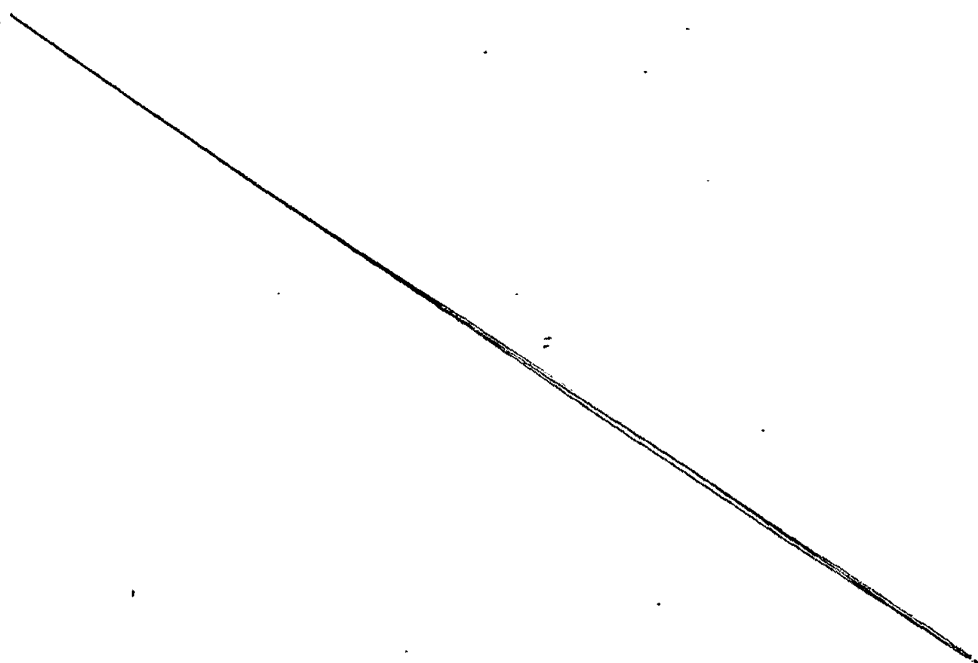
Preparación de una solución neutralizada al 70% de poliglucosa citraña con sorbitol, mediante el procedimiento de alimentación continua, y comparándola con su contraparte blanqueada y neutralizada que se obtiene por polimerización en fusión.

Dieciocho gramos del producto del Ejemplo 1 se disuelven en una cantidad igual de agua desionizada, y se ajustan a un pH de 5.5 con carbonato de potasio. En seguida, la solución resultante se concentra al vacío para obtener una solución al 70% por peso. El color de la solución resultante es "paja claro" y se considera como sumamente aceptable desde el punto de vista organoléptico.



-3

Quando se compara con una solución al 70%, preparada a partir de un producto análogo de polimerización en fusión, que ha sido blanqueado con peróxido alcalino (CaO) y neutralizado a un pH de 5.5, el color de la solución blanqueda sólo es ligeramente más claro. La solución al 70% del producto de alimentación acuosa se considera que es menos amarga y de sabor menos "gredoso" y tiene niveles de calcio, cenizas y ácidos grasos volátiles en cantidades considerablemente inferiores a las del producto blanqueado.



f. 60032

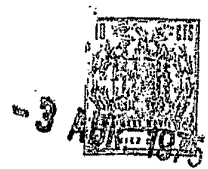


- REIVINDICACIONES -

1. Un procedimiento para preparar polisacáridos y derivados de polisacárido caracterizado por combinar en una solución acuosa, un sacárido comestible que se selecciona del grupo que consiste de glucosa, maltosa y una mezcla de los mismos, junto con hasta 10 por ciento molar de un catalizador de ácido policarboxílico aceptable como alimento y, opcionalmente de aproximadamente 20 a 5 por ciento basado en el peso de los reactivos totales, de un poliol aceptable como alimento que se selecciona del grupo que consiste de sorbitol, glicerol, eritritol, xilitol, manitol y galactitol, deshidratar la solución a presión reducida hasta formar un jarabe esencialmente anhidro, calentar además el jarabe a presión reducida a una temperatura de aproximadamente 150° a 300°C. hasta que ocurra la policondensación mientras que se evapora el agua formada durante la policondensación y detener la policondensación antes de que ocurra la pirólisis considerable.

2. El procedimiento de conformidad con lo reivindicado en la cláusula 1, caracterizado por el hecho de que la

Re



solución se deshidrata mediante evaporación instantánea.

3. El procedimiento de conformidad con lo reivindicado en la cláusula 1, caracterizado por el hecho de que la solución se deshidrata en la forma de una película delgada.

4. El procedimiento de conformidad con lo reivindicado en las cláusulas 1, 2 o 3, caracterizado por el hecho de que el jarabe se policondensa calentándose en forma de una película.

5. El procedimiento de conformidad con lo reivindicado en cualesquiera de las cláusulas que anteceden, caracterizado por el hecho de que la deshidratación se efectúa a una presión menor de aproximadamente 300 milímetros de mercurio.

6. El procedimiento de conformidad con lo reivindicado en cualesquiera de las cláusulas que anteceden, caracterizado por el hecho de que la policondensación se efectúa a una presión menor de aproximadamente 300 milímetros de mercurio.

7. El procedimiento de conformidad con lo reivindicado en cualesquiera de las cláusulas que anteceden, caracterizado por el hecho de que el catalizador ácido se selecciona del grupo que consiste de ácidos cítrico, fumárico, tartárico, málico, succínico y adípico.

8. El procedimiento de conformidad con lo reivindicado en cualesquiera de las cláusulas que anteceden, caracterizado por el hecho de que la policondensación se lleva a cabo

Rey



a una temperatura de aproximadamente 190° a 300°C.

9. El procedimiento de conformidad con lo reivindicado en cualesquiera de las cláusulas que anteceden, caracterizado por el hecho de que la solución acuosa inicialmente contiene de aproximadamente 30 a 85 por ciento en peso de sólidos.

10. El procedimiento de conformidad con lo reivindicado en cualesquiera de las cláusulas que anteceden, caracterizado por el hecho de que la solución acuosa inicialmente contiene de aproximadamente 65 a 70 por ciento en peso de sólidos.

11. El procedimiento de conformidad con lo reivindicado en cualesquiera de las cláusulas que anteceden, caracterizado por el hecho de que el catalizador de ácido es ácido cítrico y el poliol es sorbitol.

12. El procedimiento de conformidad con lo reivindicado en cualesquiera de las cláusulas que anteceden, caracterizado por el hecho de que el sacárido es glucosa, el catalizador de ácido es ácido cítrico y el poliol es sorbitol.

13. Un procedimiento para preparar polisacáridos y derivados de polisacárido.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

AS



Esta Memoria consta de cuarenta y una hojas
escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

- 3 ABR. 1975

P.A.

Oscar de Elzaburu
Por Euzkadi