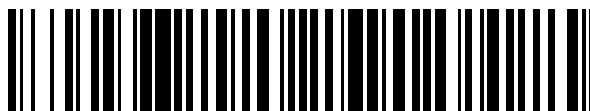


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 456 001**

51 Int. Cl.:

C07C 29/76 (2006.01)

C07C 31/26 (2006.01)

C07H 1/06 (2006.01)

C07H 15/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.11.2006 E 06807840 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.01.2014 EP 1960338**

54 Título: **Procedimiento para preparar polioles estables al álcali y al calor**

30 Prioridad:

16.12.2005 EP 05257793

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

21.04.2014

73 Titular/es:

**CARGILL, INCORPORATED (100.0%)
15407 MCGINTY ROAD WEST
WAYZATA, MN 55391, US**

72 Inventor/es:

**STOUFFS, ROBERT HENRI-MARCEL y
ZERBINATI, SIMONETTA**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 456 001 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para preparar polioles estables al álcali y al calor

Campo de la invención

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento continuo para preparar polioles estables al álcali y al calor, en particular sorbitol y/o maltitol.

Antecedentes de la invención

La estabilidad al álcali y al calor de los polioles es importante en una serie de aplicaciones industriales y de alimentación. Las industrias de la pastelería, farmacéutica e higiene oral y dental e incluso las industrias químicas usan composiciones de polioles, que son químicamente muy estables en medio alcalino.

- 10 El documento EP 0711743 describe la preparación de composiciones de polioles estables en medio alcalino y al calor, en donde la estabilización se obtiene mediante fermentación, oxidación o caramelización.

El documento EP 1095925 describe un tratamiento de estabilización al álcali y al calor. Después de este tratamiento, el polirol se somete a una etapa de purificación con al menos un paso a través de una resina catiónica de ácido fuerte a una temperatura inferior a 30°C.

- 15 En el documento JP 63079844 se describe un método en el que una disolución acuosa de alcohol de azúcar se ajusta a un valor de pH entre 8 y 13, seguido de una etapa de calentamiento (discontinuo) a temperaturas que varían entre 90°C y 220°C. Después, el producto resultante se purifica por paso de la disolución de polioles a través de una resina de intercambio catiónico de ácido fuerte, una resina de intercambio aniónico fuerte y una resina de lecho mixto.

- 20 El documento WO 03/066553 describe un método para preparar polioles estables al álcali y al calor y la etapa de purificación implica un paso doble por una configuración de intercambiador iónico catiónico, aniónico (CACA), que comprende al menos una primera resina de intercambio iónico catiónico de ácido débil y una segunda resina de intercambio iónico aniónico de base fuerte, media o débil.

- 25 El documento WO 2004/058671 describe un procedimiento para preparar polioles estables al álcali y al calor por tratamiento con una resina de intercambio aniónico fuerte en forma de hidróxido. En un sistema de columnas múltiples al menos parte de las columnas del sistema se usan en el modo de regeneración, mientras que el resto de las columnas se usan en un modo de servicio.

Actualmente es necesario un procedimiento sencillo y rentable que permita obtener polioles estables al álcali y al calor, y la presente invención proporciona dicho procedimiento.

30 Resumen de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento continuo para preparar composiciones de polioles estables al álcali y al calor y dicho procedimiento comprende las siguientes etapas:

a) tomar una disolución acuosa de una composición de polioles que comprende polioles e y% de azúcares reductores basado en la sustancia seca de la composición de polioles,

- 35 b) añadir a la disolución acuosa una cantidad eficaz de álcali,

c) alimentar la disolución acuosa a una batería de resinas que comprende una resina de intercambio aniónico, para obtener una composición acuosa de polioles que comprende polioles y x% de azúcares reductores basado en la sustancia seca de la composición de polioles, y en donde

$$x < y,$$

- 40 d) recoger la composición acuosa de polioles que comprende polioles y x% de azúcares reductores basado en la sustancia seca de la composición de polioles,

en donde la batería de resinas está en modo de servicio completo sin modo de regeneración.

La presente invención se refiere a un procedimiento en donde y es de 0,040% a 0,100% basado en la sustancia seca de la composición de polioles.

- 45 La presente invención se refiere a un procedimiento en donde x no es más de 0,015% basado en la sustancia seca de la composición de polioles, preferiblemente no es más de 0,010%.

La presente invención se refiere además a un procedimiento en donde la batería de resinas comprende además una resina catiónica y una resina pulidora. Además, la resina de intercambio aniónico es una resina de intercambio

aniónico de base fuerte en forma de hidróxido. La temperatura de la batería de resinas es de 70 a 100°C, preferiblemente de 75 a 95°C, más preferiblemente de 85 a 90°C.

5 La presente invención se refiere a un procedimiento en donde la composición acuosa de polioles que comprende polioles y x% de azúcares reductores basado en la sustancia seca de la composición de polioles, se aumenta en sustancia seca. En una realización preferida, el poliol es sorbitol y/o maltitol.

La presente invención se refiere a un procedimiento en donde el caudal volumétrico es entre 0,2 y 1 BV/h (volúmenes de lecho/hora). Además, se refiere a un procedimiento en donde la batería de resinas funciona durante al menos 30 días sin ninguna regeneración de las resinas.

Descripción detallada

10 La presente invención se refiere a un procedimiento continuo para preparar composiciones de polioles estables al álcali y al calor y dicho procedimiento comprende las siguientes etapas:

a) tomar una disolución acuosa de una composición de polioles que comprende polioles e y% de azúcares reductores basado en la sustancia seca de la composición de polioles,

b) añadir a la disolución acuosa una cantidad eficaz de álcali,

15 c) alimentar la disolución acuosa a una batería de resinas que comprende una resina de intercambio aniónico, para obtener una composición acuosa de polioles que comprende polioles y x% de azúcares reductores basado en la sustancia seca de la composición de polioles, y en donde

$$x < y,$$

20 d) recoger la composición acuosa de polioles que comprende polioles y x% de azúcares reductores basado en la sustancia seca de la composición de polioles,

en donde la batería de resinas está en modo de servicio completo sin modo de regeneración.

El poliol típicamente tiene la siguiente fórmula química $C_nH_{2n+2}O_n$, que corresponde a un hidrato de carbono hidrogenado.

25 Típicamente, el poliol se selecciona entre tetritoles, pentitoles, hexitoles, polioles de disacáridos, polioles de oligosacáridos, polioles de polisacáridos y mezclas de los mismos.

30 Los disacáridos en la mayoría de los casos son maltosa, isomaltulosa, maltulosa, isomaltosa y lactosa, que, por hidrogenación producen maltitol, isomalt, isomaltitol y lactitol. Los oligosacáridos y polisacáridos, que son productos de peso molecular cada vez mayor normalmente proceden de una hidrólisis ácida y/o enzimática de almidones y/o almidones de tubérculos, de xilanos o de fructanos como la inulina, pero también se pueden obtener por recombinación ácida y/o enzimática de mono o disacáridos tales como los mencionados anteriormente.

Más específicamente, el poliol se puede seleccionar del grupo que consiste en eritritol, treitol, arabinitol, xilitol, ribitol, alitol, altritol, gultitol, galactitol, manitol, sorbitol, talitol, maltitol, isomaltitol, isomalt, lactitol, y mezclas de los mismos. Preferiblemente, el poliol es sorbitol y/o maltitol.

35 Los alcoholes de azúcar (=polioles) estables al álcali y al calor son importantes en una serie de aplicaciones industriales y de alimentos, es decir en cualquier aplicación que requiera resistencia al medio alcalino y/o al calor frente a la formación de color y/o de sabor no deseables. La estabilidad al álcali y al calor de los alcoholes de azúcar es importante en todas aquellas aplicaciones donde la formación de color y/o mal sabor en estas condiciones debe prohibirse. Este es el caso, p. ej., cuando las composiciones de polioles se usan como humectantes en pastas de dientes que contienen abrasivos alcalinos, como bloques estructurales de polioles poliéteres, o como iniciadores para la preparación de ésteres de sorbitán. La coloración de los productos finales que contienen estos polioles a menudo se debe a la presencia de precursores formadores de color, tales como por ejemplo, los azúcares reductores residuales que están presentes en las composiciones de polioles usadas. Además, la formación de color es acelerada por la temperatura a la que se expone el poliol.

45 También se observa un fenómeno de amarilleamiento de estas composiciones a alta temperatura cuando se usan en la fabricación de azúcar cocido. Dicha coloración a menudo es incompatible con algunos aromatizantes en dulces.

Incluso ocurre que se rechazan composiciones de polioles en los procedimientos de fabricación cuando se requiere estabilidad al calor y al álcali, debido a la formación de color no deseada.

50 Además, se ha observado que es preferible tener disponibles estas composiciones de polioles como jarabes de polioles no cristalizables. Debe entenderse que jarabe de poliol no cristalizable significa, en la presente invención, una composición de polioles que forma un jarabe que no cristaliza a 20°C, con un contenido de materia seca de

70%, cuando se almacena en un envase herméticamente cerrado durante un mes.

Basándose en este conocimiento, es necesario tener un procedimiento simplificado para preparar composiciones de polioles estables al álcali y/o al calor.

5 Sorprendentemente, el procedimiento de la presente invención proporciona esta solución añadiendo una cantidad eficaz de álcali a la disolución acuosa de la composición de polioles y someténdola a una resina de intercambio aniónico.

10 En una realización preferida, la disolución acuosa de la composición de polioles se obtiene por hidrogenación catalítica de la correspondiente disolución de hidratos de carbono. La hidrogenación catalítica se lleva a cabo de acuerdo con lo que se conoce, aplicando catalizadores de hidrogenación, tales como catalizadores Raney, níquel Raney, y otros catalizadores adecuados para la hidrogenación de hidratos de carbono. La presión de hidrógeno es entre 30 y 150 bar, a una temperatura entre 120 y 150°C. La hidrogenación se continua hasta que los azúcares reductores residuales (medido de acuerdo con el método del cobre) alcanzan un nivel de y%. En una realización más preferida, la presente invención se refiere a un procedimiento en donde y es de 0,050% a 0,300%, preferiblemente de 0,040% a 0,100%, basado en la sustancia seca de la composición de polioles. Realizando la hidrogenación catalítica de esta forma, el procedimiento es rentable, viable y no son necesarios tiempos de permanencia largos con el fin de reducir más los niveles de azúcares reductores residuales.

15 Sorprendentemente, se observa que mediante la adición de una cantidad eficaz de álcali, preferiblemente de 0,1 a 0,5%, más preferiblemente de 0,1 a 0,2% basado en la sustancia seca de la composición de polioles, la disolución acuosa de la composición de polioles se puede aplicar a una resina de intercambio aniónico que está en modo de servicio completo.

20 El álcali no está limitado, pero preferiblemente se aplica hidróxido sódico. El álcali se puede aplicar en forma seca o se puede añadir como una disolución acuosa.

25 El contenido total de azúcares reductores después de hidrólisis completa varía de 3,5 a 98%, determinado por el método del cobre, esto debe entenderse por el hecho de que después de hidrólisis completa, los polioles como por ejemplo el maltitol se divide en glucosa y sorbitol, de modo que la glucosa contribuye al porcentaje medido por el método del cobre. La presente invención también se puede aplicar a polioles superiores tales como polioles de disacáridos, polioles de oligosacáridos, polioles de polisacáridos y mezclas de los mismos.

30 Finalmente, es importante obtener composiciones de polioles estables al calor y/o al álcali, esto es cierto en particular para composiciones que no contienen más de 0,040%, preferiblemente no más de 0,030%, más preferiblemente no más de 0,020%, no más de 0,015%, lo más preferiblemente no más de 0,010% de azúcares reductores basado en la sustancia seca de la composición de polioles (es el valor de x en la composición de polioles).

35 En una realización preferida, el procedimiento es tan eficaz que x no es más de 10% de y, más preferiblemente x no es más 5% de y, lo que significa que debido al procedimiento de la presente invención, se eliminan de 90 a 95% de los azúcares reductores residuales. Estas composiciones de polioles son extremadamente estables al álcali y al calor en las aplicaciones industriales y de alimentación mencionadas antes.

40 La presente invención se refiere a un procedimiento continuo en donde las columnas están en modo de servicio completo. Los autores de la invención han encontrado sorprendentemente que por adición de una cantidad eficaz de álcali, no es necesario hacer funcionar parte de la batería de resinas en el modo de regeneración. Debido al hecho de que la batería de resinas está en servicio completo, se consume menos álcali y realmente se ahorra hasta 50% de la composición total de álcali. Con el fin de beneficiarse de todos los potenciales de este procedimiento, la resina aniónica preferida es una resina de intercambio aniónico de base fuerte en forma de hidróxido. La resina de intercambio aniónico de base fuerte pertenece a una de las categorías:

- la categoría de tipo térmicamente estable;

45 - el tipo estirénico I, II, III

- el tipo resina acrílica.

50 Un ejemplo típico de una resina de intercambio aniónico fuerte térmicamente estable es Dowex MSA-1 (Dow), con grupos funcionales de amonio cuaternario. También son aplicables resinas similares que tienen las mismas propiedades pero proporcionadas por otro proveedor. La resina aniónica fuerte se diseña para eliminar aniones (orgánicos y/o inorgánicos).

La presente invención se refiere además a un procedimiento en donde la batería de resinas comprende además una resina catiónica y una resina pulidora. La resina catiónica lleva un grupo funcional de tipo sulfónico SO_3H y preferiblemente es una resina catiónica de ácido fuerte. Un ejemplo adecuado es Lewatit S 25 28 y similares. La resina catiónica fuerte se diseña para eliminar cationes tales como, en particular, los cationes proporcionados por el

álcali tales como iones sodio del hidróxido sódico, así como iones residuales de los catalizadores de hidrogenación, tales como iones níquel.

5 La resina pulidora es un adsorbente diseñado especialmente para la decoloración así como la eliminación de sabor y olor. Un ejemplo adecuado es Dowex Optipore SD-2 y similares. El procedimiento de la presente invención no está limitado por la temperatura, pero preferiblemente la temperatura de la batería de resinas es de 70 a 100°C, preferiblemente de 75 a 95°C, más preferiblemente de 80 a 90°C.

10 En un procedimiento preferido según la invención, la composición de polioles se alimenta a un sistema de columnas que contiene una resina de intercambio aniónico fuerte en forma de hidróxido con un caudal volumétrico ≤ 5 volúmenes de lecho (BV)/hora, preferiblemente un caudal volumétrico ≤ 3 volúmenes de lecho (BV)/hora. En un procedimiento más preferido según la invención, el caudal volumétrico es entre 0,1 y 1 BV/hora. Lo más preferiblemente, el caudal volumétrico es entre 0,2 y 0,8 BV/hora.

15 El "volumen de lecho" se define en la presente memoria como el volumen total de resina de intercambio aniónico usada durante la etapa de estabilización. Cuando se usa un sistema de múltiples columnas, todas las columnas del sistema se usan en modo de servicio, comprendiendo las etapas de estabilización y decoloración simultánea. Se conoce un sistema de múltiples columnas continuo ventajoso para esta invención como una configuración ISEP o como una CSEP.

20 En un procedimiento preferido de acuerdo con la invención, dicha composición de polioles tiene un valor de pH entre 10 y 11,5, cuando sale de la resina de intercambio aniónico fuerte. El propósito de la invención es además proporcionar una composición de polioles que tiene una buena estabilidad al álcali y al calor. La composición de polioles que se puede obtener según el presente procedimiento es particularmente adecuada en la preparación de productos que tienen un pH alcalino, tal como en particular pastas de dientes basadas en bicarbonato sódico, composiciones antiácido, espumas de afeitar, cremas de depilación, o para la fabricación de productos a altas temperaturas. La presente invención muestra las siguientes ventajas significativas:

- ahorro de como mínimo 50% de consumo de NaOH,
- 25 - el tiempo de contacto en la columna es muy bajo
- muy poco color, menos impacto para el refinado
- no hay pérdida de producción por la corriente y arranque/parada
- procedimiento continuo
- la estabilización y purificación de la composición de polioles se produce en una etapa
- 30 - la batería de resinas está en modo de servicio completo.

35 Sorprendentemente, la presente invención ha demostrado que primero de todo, el procedimiento no necesita una etapa del procedimiento separada además de la etapa de purificación normal. La estabilización se puede incluir en una etapa de desmineralización o purificación requerida normalmente, con la condición de que se añada una cantidad eficaz de álcali a la disolución de la composición de polioles, antes de someterla a la resina de intercambio aniónico. Esta adición de la cantidad eficaz de álcali permite llevar a cabo un procedimiento continuo en una batería de resinas en servicio completo. Ya no es necesaria la parte habitual de la batería de resinas reservada para la regeneración, aumentando así la capacidad de producción y reduciendo más la cantidad de productos químicos tales como el álcali.

40 La invención se ilustra además por referencia a los siguientes ejemplos que describen en detalle el procedimiento de la presente invención. La invención descrita y reivindicada en la presente memoria no está limitada en alcance por las realizaciones específicas descritas en la presente memoria, puesto que estas realizaciones solo son ilustraciones de varios aspectos de la invención.

Ejemplo 1

- a) Se llenó un tanque con jarabe de sorbitol (Sorbidex C*16100, de Cargill), sustancia seca = 50%
 - 45 b) Se añadió disolución de NaOH, (NaOH = 0,2% en bs (base seca); pH >11
 - c) Seguido de flujo a través de un intercambiador de calor (T=95°C), y
 - d) Flujo a través de la columna con la resina aniónica fuerte MSA-1
- BVH=0,5 (volúmenes de lecho/hora)

Los resultados se presentan en la tabla 1.

ES 2 456 001 T3

Tabla 1

Temperatura = 95°C		Entrada alimentación	Salida	
Horas	Días	R.S. (% en bs)	µS/cm	R.S. (% en bs)
3	1	0,058	/	0,015
20	1	0,058	390	0,011
27	2	0,058	390	0,010
49	3	0,063	390	0,009
70	4	0,060	400	0,009
79	4	0,061	400	0,010
98	6	0,065	470	0,006
122	6	0,068	460	0,006
139	7	0,073	720	0,009
163	8	0,071	350	0,007
177	8	0,070	400	0,005
200	9	0,070	550	0,006
205	9	0,072	430	0,005
216	9	0,075	630	0,007
234	10	0,060	530	0,008
244	11	0,060	370	0,008
262	11	0,070	410	0,005
287	12	0,070	500	0,007
313	13	0,070	380	0,005
325	14	0,052	500	0,005
343	15	0,052	400	0,004
367	16	0,064	380	0,005
391	17	0,070	500	0,006
396	17	0,064	340	0,007
420	18	0,064	360	0,006
448	19	0,055	390	0,005
472	20	0,044	400	0,005
484	21	0,056	500	0,006
506	22	0,056	400	0,004
530	23	0,060	400	0,004
554	24	0,056	360	0,003
578	25	0,050	400	0,005

ES 2 456 001 T3

Temperatura = 95°C		Entrada alimentación	Salida	
604	26	0,050	500	0,006
634	27	0,060	520	0,005
721	31	0,060	360	0,005

$\mu\text{S/cm}$ = conductividad medida en el producto de salida de la resina aniónica (como está) con un conductímetro "Sigma precision",

R.S. = azúcares reductores medidos de acuerdo con el método del cobre

5 Método del cobre

1) Se combinan 50 g de la muestra con la disolución de cobre. (Combined Copper - solution (p. ej. B. Kraft, nº de artículo: 3042)

2) La mezcla debe calentarse hasta cocción en el espacio de 3 minutos. Después de exactamente 5 minutos de cocción intensiva, la mezcla de reacción se enfría a 20°C; para los valores exactos debe lavarse con agua el refrigerante de reflujo.

3) Se añaden 25 ml de ácido sulfúrico 5 N a la disolución mientras se agita la mezcla.

4) Se añade 1 ml de disolución de almidón (disolución acuosa de almidón al 1%).

5) Se mezcla bien y se valora con disolución de tiosulfato sódico 0,1 N hasta que el color cambia a azul.

6) Se valor un blanco usando la misma cantidad de ingredientes que en la disolución de determinación.

7) Se determina el contenido de sustancia seca.

2) Cuantificación

ml consumidos de disolución de tiosulfato sódico = (ml para valoración del blanco - ml para valoración de la muestra).

A partir de la tabla adecuada se encuentran los mg de dextrosa equivalentes a los ml consumidos de disolución de tiosulfato 0,1 N.

Después se calcula el contenido de azúcares reductores:

% de azúcares reductores = $\text{mg de dextrosa} \times 10 / \text{g de muestra} \times \text{sustancia seca (\%)}$

Tabla: Determinación de los mg de azúcares reductores como glucosa por el consumo de una disolución de tiosulfato sódico 0,1 N

ES 2 456 001 T3

ml	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0	0,0	0,8	1,4	1,8	2,1	2,5	2,9	3,2	3,5	3,8
1	4,1	4,3	4,6	4,9	5,2	5,6	5,9	6,2	6,5	6,7
2	7,0	7,3	7,7	8,0	8,3	8,6	8,8	9,1	9,3	9,5
3	9,8	10,1	10,4	10,6	10,9	11,2	11,5	11,8	12,1	12,4
4	12,7	13,0	13,2	13,5	13,8	14,1	14,4	14,7	14,9	15,1
5	15,4	15,7	16,0	16,3	16,6	16,8	17,0	17,3	17,6	17,9
6	18,2	18,5	18,7	19,0	19,3	19,6	19,9	20,2	20,5	20,8
7	21,0	21,3	21,6	21,9	22,2	22,5	22,8	23,0	23,3	23,6
8	23,9	24,2	24,5	24,8	25,0	25,3	25,6	25,9	26,2	26,5
9	26,8	27,2	27,4	27,7	28,0	28,3	28,6	28,9	29,2	29,5
10	29,8	30,1	30,4	30,7	31,0	31,3	31,6	31,9	32,2	32,5
11	32,8	33,1	33,4	33,7	34,0	34,3	34,6	34,9	35,2	35,5
12	35,8	36,1	36,4	36,7	37,0	37,3	37,6	37,9	38,2	38,5
13	38,8	39,1	39,4	39,7	40,0	40,2	40,5	40,8	41,1	41,4
14	41,7	42,0	42,2	42,5	42,8	43,1	43,4	43,8	44,1	44,4
15	44,6	44,9	45,2	45,5	45,8	46,1	46,4	46,7	47,0	47,3
16	47,6	47,9	48,2	48,5	48,8	49,1	49,4	49,7	50,0	50,3
17	50,6	50,9	51,2	51,5	51,8	52,1	52,4	52,7	53,0	53,3
18	53,6	53,9	54,2	54,5	54,8	55,1	55,4	55,7	56,1	56,4
19	56,7	57,0	57,3	57,6	57,9	58,2	58,5	58,8	59,1	59,4
20	59,7	60,0	60,3	60,6	60,9	61,2	61,5	61,8	62,1	62,4
21	62,7	63,0	63,3	63,6	63,9	64,2	64,5	64,8	65,1	65,4
22	65,7	66,0	66,3	66,6	66,9	67,2	67,5	67,8	68,1	68,4
23	68,7	69,0	69,3	69,6	69,9	70,2	70,5	70,8	71,1	71,4
24	71,7	72,0	72,3	72,6	72,9	73,2	73,5	73,8	74,1	74,4
25	74,7	75,0	75,3	75,6	76,0	76,3	76,6	77,0	77,3	77,6
26	77,9	78,2	78,6	78,9	79,2	79,5	79,8	80,1	80,4	80,7
27	81,0	81,3	81,6	81,9	82,2	82,5	82,8	83,1	83,4	83,7
28	84,0	84,3	84,6	84,9	85,2	85,6	85,9	86,2	86,5	86,8
29	87,2	87,5	87,8	88,1	88,4	88,7	89,0	89,4	89,7	90,0

ES 2 456 001 T3

ml	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
30	90,4	90,7	91,0	91,3	91,7	92,0	92,3	92,7	93,0	93,4
31	93,7	94,1	94,4	94,8	95,1	95,4	95,8	96,1	96,5	96,9
32	97,2	97,5	97,8	98,2	98,5	98,9	99,3	99,6	99,9	100,2
33	100,6	100,9	101,3	101,7	102,0	102,3	102,6	103,0	103,4	103,7
34	104,1	104,4	104,7	105,0	105,4	105,8	106,1	106,5	106,8	107,1
35	107,4	107,8	108,2	108,5	108,9	109,2	109,5	109,9	110,2	110,6
36	110,9	111,3	111,6	111,9	112,3	112,6	113,0	113,3	113,7	114,0
37	114,3	114,7	115,0	115,4	115,7	116,1	116,4	116,7	117,1	117,4
38	117,8	118,1	118,5	118,8	119,1	119,5	119,8	120,2	120,6	120,9
39	121,2	121,5	121,9	122,2	122,6	123,0	123,3	123,6	123,9	124,3

Ejemplo 2

a) Se llenó un tanque con jarabe de maltitol aproximadamente al 96% de pureza (C* Maltidex H 16330, Cargill), sustancia seca = 45%

5 b) Se añadió disolución de NaOH, (NaOH = 0,2% en bs (base seca); pH >10,5

c) Seguimiento de flujo a través de un intercambiador de calor (T=80°C), y

d) Flujo a través de la columna con la resina aniónica BVH=0,5 (volúmenes de lecho/hora)

Los resultados se presentan en la tabla 2.

Tabla 2

10 Flujo: 0,5 BVH Temp = 80°C

ES 2 456 001 T3

Entrada de alimentación

Salida

Horas	Días	RS (% en bs)	μS/cm (como está)	RS (% en bs)
3,0	1,00	0,30	-	0,000
6,0	1,00	0,30	541	0,004
9,0	1,00	0,22	496	0,000
15,5	1,00	0,22	523	0,000
32,5	2,00	0,22	522	0,015
37,5	2,00	0,22	-	0,016
40,0	2,00	0,22	515	0,005
80,5	4,00	0,28	508	0,016
83,5	4,00	0,28	538	0,020
88,5	4,00	0,28	642	0,013
90,0	4,00	0,28	723	0,013
95,5	4,00	0,28	594	0,016
111,5	5,00	0,28	551	0,021
135,5	6,00	0,29	499	0,015
142,0	6,00	0,29	501	0,020
159,0	7,00	0,31	506	0,025
168,0	7,00	0,31	508	0,022
183,0	8,00	0,31	483	0,024
237,0	10,00	0,27	482	0,017
259,0	11,00	0,28	525	0,008
279,0	12,00	0,28	516	0,013
285,5	12,00	0,28	489	0,014
293,5	13,00	0,28	519	0,009
318,0	14,00	0,31	465	0,017
341,5	15,00	0,31	454	0,016
348,0	15,00	0,31	457	0,015
355,0	15,00	0,20	430	0,014
378,0	16,00	0,20	458	0,016
402,5	17,00	0,20	437	0,009
425,5	18,00	0,20	480	0,008
433,5	19,00	0,20	443	0,011
455,5	19,00	0,13	424	0,013
475,0	20,00	0,13	428	0,014

ES 2 456 001 T3

Horas	Días	RS (% en bs)	μS/cm (como está)	RS (% en bs)
490,0	21,00	0,13	416	0,011
506,5	22,00	0,09	432	0,010
544,5	23,00	0,09	417	0,007
551,0	23,00	0,09	471	0,005
577,5	25,00	0,06	420	0,010
598,0	25,00	0,16	412	0,01
606,5	26,00	0,16	383	0,01
625,0	27,00	0,16	399	0,011
647,5	27,00	0,10	448	0,010
671,5	28,00	0,10	445	0,014
692,5	29,00	0,12	470	0,013
721,5	31,00	0,12	477	0,014

Ejemplo comparativo – Procedimiento discontinuo

1. La sustancia seca de (Sorbitex C 16100, Cargill) era 50-55%, y los azúcares residuales en bs (base seca): 0,070-0,100%

5 2. Se añadió NaOH en una cantidad de 0,4-0,9% en bs (sustancia seca) (pH > 11,0)

3. La temperatura era 80-100°C y el tiempo de retención era entre 4-8 h

Después de este tratamiento el producto sorbitol (= composición de polioles) tenía una cantidad de azúcares residuales finales en bs: <0,014%.

10 Este ejemplo demuestra los tiempos de reacción largos (tiempo de contacto largo entre el poliol y el medio alcalino) y el alto consumo de NaOH.

Ejemplo comparativo – Procedimiento continuo sin alimentación de NaOH

a) Se llenó un tanque con jarabe de maltitol aproximadamente al 96% de pureza (C* Maltidex H 16330, Cargill), la sustancia seca del jarabe de maltitol era 45%

b) El jarabe se hizo fluir a través de un intercambiador de calor (T=80°C), seguido de

15 c) Flujo a través de la columna con la resina aniónica MSA-1, con un BVH=0,5 (volúmenes de lecho/hora)

El tratamiento se tuvo que parar después de 3,3 días (79 h), ya que el valor de R.S. seguía siendo el mismo que el valor de R.S. de la alimentación de maltitol.

REIVINDICACIONES

- 1.- Un procedimiento continuo para preparar composiciones de polioles estables al álcali y al calor, cuyo procedimiento comprende las siguientes etapas:
- 5 a) tomar una disolución acuosa de una composición de polioles que comprende polioles e y% de azúcares reductores basado en la sustancia seca de la composición de polioles,
- b) añadir a la disolución acuosa una cantidad eficaz de álcali,
- c) alimentar la disolución acuosa a una batería de resinas que comprende una resina de intercambio aniónico, para obtener una composición acuosa de polioles que comprende polioles y x% de azúcares reductores basado en la sustancia seca de la composición de polioles, y en donde
- 10 $x < y$,
- d) recoger la composición acuosa de polioles que comprende polioles y x% de azúcares reductores basado en la sustancia seca de la composición de polioles,
- en donde la batería de resinas está en modo de servicio completo sin modo de regeneración.
- 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que y es de 0,050% a 0,300% basado en la sustancia seca de la composición de polioles.
- 15 3.- Un procedimiento según la reivindicación 1 o reivindicación 2, caracterizado por que x no es más de 0,040% basado en la sustancia seca de la composición de polioles, preferiblemente no es más de 0,015%.
- 4.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que la batería de resinas comprende además una resina catiónica y una resina pulidora.
- 20 5.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que la resina de intercambio aniónico es una resina de intercambio aniónico de base fuerte en forma de hidróxido.
- 6.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que la temperatura de la batería de resinas es de 70 a 100°C, preferiblemente de 75 a 95°C, más preferiblemente de 80 a 90°C.
- 25 7.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que la composición acuosa de polioles, que comprende polioles y x% de azúcares reductores basado en la sustancia seca de la composición de polioles, ha aumentado en sustancia seca.
- 8.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que el poliol es sorbitol.
- 9.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que el poliol es maltitol.
- 30 10.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado por que el caudal volumétrico es entre 0,2 y 1 BV/h (volúmenes de lecho/hora).
- 11.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado por que la batería de resinas funciona durante al menos 30 días sin ninguna regeneración de las resinas.