

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 720 331**

51 Int. Cl.:

C08B 37/00 (2006.01)

B01L 3/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.01.2011 PCT/EP2011/000193**

87 Fecha y número de publicación internacional: **04.08.2011 WO11091962**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.01.2011 E 11701205 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.02.2019 EP 2528950**

54 Título: **Microprocesamiento para preparar un policondensado**

30 Prioridad:

28.09.2010 EP 10010973

28.01.2010 EP 10000850

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

19.07.2019

73 Titular/es:

CARGILL, INCORPORATED (50.0%)

15407 McGinty Road West

Wayzata, MN 55391, US y

KARLSRUHER INSTITUT FÜR TECHNOLOGIE

(50.0%)

72 Inventor/es:

KUESTERS, CHRISTOF FRANZ;

STENGEL, BRUNO FRÉDÉRIC;

BENZINGER, W. y

BRANDNER, J.

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 720 331 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

Microprocesamiento para preparar un policondensado

Campo de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar povidexrosa, utilizando microdispositivos.

5 Antecedentes de la invención

Con el fin de mejorar continuamente los niveles de vida físicos para un mayor número de personas, es necesario lograr más resultados con menos recursos. Por lo tanto, existe una tendencia a producir y fabricar productos a menor escala debido al deseo de una eficacia en el tamaño. Más recientemente, los científicos han aprendido que no solo los dispositivos electrónicos, sino también los dispositivos mecánicos, se pueden miniaturizar y fabricar por lotes, prometiendo los mismos beneficios para el mundo mecánico que la tecnología de circuitos integrados ha proporcionado al mundo electrónico.

La polimerización catalizada con ácido de sacáridos es un fenómeno bien conocido que se describe en numerosos artículos generales, libros y patentes.

La povidexrosa está disponible comercialmente y todos esos productos de povidexrosa incluyen una variedad de compuestos residuales tales como glucosa, sorbitol, ácido cítrico y otros compuestos que contribuyen al sabor, color y valor calórico. Los compuestos de bajo peso molecular, como 1,6-anhidroglucosa y 5-hidroximetilfurfural, aportan un sabor amargo y un aroma desagradable.

El documento de patente US 3.766.165 describe que los polímeros útiles como ingredientes alimentarios bajos en calorías se pueden preparar calentando dextrosa o maltosa, opcionalmente con una cantidad menor de un poliol, en presencia de catalizadores de poli(ácido carboxílico) comestibles a presión reducida. El documento US 3.876.794 describe diversos tipos de alimentos que los contienen.

A raíz de esta importante descripción, se ha concentrado un desarrollo e investigación adicionales para superar el sabor agrio y/o amargo observado en los productos de acuerdo con los documentos US 3.766.165 y US 3.876.794.

Por ejemplo, el documento WO 98/41545 describe métodos para preparar polisacáridos haciendo reaccionar glucosa o materiales que contienen glucosa con un poliol en presencia de ácidos minerales tales como ácido fosfórico, clorhídrico y/o sulfúrico. De acuerdo con esta descripción, los bajos niveles de catalizador como se sugiere en la misma, conducen a un sabor desagradable mínimo o nulo y se forma poco color durante el curso de la reacción. Los métodos descritos en ese documento pueden comprender métodos de purificación adicionales.

El documento US 5.831.082 describe un procedimiento para obtener povidexrosa soluble en agua altamente pura mediante separación. La povidexrosa soluble en agua contiene cantidades considerables de disacáridos, trisacáridos y tetrasacáridos. Se informa que los productos de acuerdo con esa descripción no tienen un regusto amargo.

El documento US 5.051.500 describe un método continuo para preparar un polisacárido unido de forma aleatoria.

En general, se han reconocido los beneficios de los sistemas miniaturizados, pero aún existe una necesidad de desarrollar aún más el uso de esos sistemas en reacciones para preparar policondensados, como la povidexrosa.

Compendio de la invención

La presente invención se define en las reivindicaciones adjuntas.

La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar povidexrosa y dicho procedimiento comprende las siguientes etapas:

- 40 a) adquirir glucosa
- b) añadir un catalizador acidificante para preparar una composición ácida, potencialmente en un microdispositivo
- c) inyectar la composición a través de un microdispositivo
- d) recoger la povidexrosa, y

45 está caracterizado porque el microdispositivo contiene micromezcladores, microintercambiadores de calor y/o microrreactores adecuados para la policondensación de carbohidratos.

La presente invención se refiere además al uso de un microdispositivo para la policondensación de glucosa, en donde el microdispositivo contiene micromezcladores, microintercambiadores de calor y/o microrreactores

adecuados para la policondensación de carbohidratos.

Descripción detallada

La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar polidextrosa y dicho procedimiento comprende las siguientes etapas:

- 5 a) adquirir glucosa
- b) añadir un catalizador acidificante para preparar una composición ácida, potencialmente en un microdispositivo
- c) inyectar la composición a través de un microdispositivo
- d) recoger la polidextrosa, y

10 está caracterizado porque el microdispositivo contiene micromezcladores, microintercambiadores de calor y/o microrreactores adecuados para la policondensación de carbohidratos.

15 La glucosa se proporciona en forma sólida o en forma líquida, en donde la forma sólida es una forma solidificada o una forma cristalina. Otras fuentes adecuadas de glucosa son jarabes de glucosa que contienen de 50% a 100% (en peso), preferiblemente de 90% a 99% de glucosa. Los componentes restantes en el jarabe de glucosa son oligómeros residuales tales como maltosa, maltotriosa y polímeros de glucosa superiores.

La polidextrosa tal y como se hace referencia en esta memoria, es un agente de carga no cariogénico, soluble en agua y bajo en calorías. Es un polímero de glucano (complejo de polisacáridos) reticulado al azar que se caracteriza por tener enlaces predominantemente β -1-6 y β -1-4 y que se produce a través de la condensación catalizada con ácido solo de sacáridos (= glucosa) o en presencia de alcoholes de azúcar (= polioles).

20 Se podría usar una amplia gama de catalizadores acidificantes para catalizar la polimerización para obtener polidextrosa. Preferiblemente, esos catalizadores son ácidos que se pueden consumir, con el fin de reducir los controles y costos que son necesarios de otra manera para verificar la presencia y, si es necesario, para eliminar los ácidos de la catálisis del producto final. En particular, los ácidos preferidos son ácidos comestibles (ácidos de calidad alimentaria) tales como ácido fosfórico, ácido cítrico, ácido málico, ácido succínico, ácido adípico, ácido glucónico, ácido tartárico, ácido fumárico y mezclas de dos o más de los mismos. Particularmente preferidos son el ácido cítrico y/o el ácido fosfórico. La cantidad de ácido que se va a utilizar como catalizador debe ser inferior al 15% en peso con respecto a la cantidad de glucosa (y de poliol, si está presente) del material de partida utilizado en la reacción de polimerización. Preferiblemente, esta cantidad debe estar claramente por debajo de ese nivel, como por ejemplo, a lo sumo 12% en peso, más preferiblemente a lo sumo 10% en peso, pero no por debajo de 0,001% en peso.

30 La adición del ácido se puede realizar en cualquier recipiente, pero también puede tener lugar en el microdispositivo. Antes de inyectar la mezcla que contiene el carbohidrato a través del microdispositivo, la mezcla se puede calentar utilizando un microintercambiador de calor y/o un microondas o cualquier otro dispositivo adecuado para el calentamiento.

35 Los microdispositivos se definen generalmente como recipientes de reacción miniaturizados, fabricados al menos parcialmente, por métodos de microtecnología e ingeniería de precisión. Las dimensiones características de la estructura interna de los canales de fluido del microrreactor pueden variar sustancialmente, pero típicamente varían desde el intervalo submicrométrico hasta el submilimétrico. Los microrreactores lo más frecuentemente, pero no necesariamente, están diseñados con una estructura de microcanales. Estas estructuras contienen una gran cantidad de canales y cada microcanal se utiliza para convertir una pequeña cantidad de material. También son posibles formas con microestructuras libres, que no forman canales específicos.

45 Los beneficios de los sistemas miniaturizados, diseñados con dimensiones similares a los microrreactores (microdispositivos), en comparación con un procedimiento a gran escala, incluyen, pero no se limitan a que un procedimiento por lotes a gran escala se puede reemplazar por un procedimiento de flujo continuo, los dispositivos más pequeños necesitan menos espacio, menos materiales, menos energía y, frecuentemente, tiempos de respuesta más cortos y el rendimiento del sistema se potencia al disminuir el tamaño de los componentes, lo que permite una integración de una multitud de pequeños elementos funcionales. Por consiguiente, los microrreactores (microdispositivos) intensifican significativamente la transferencia de calor, el transporte de masa y el flujo de difusión por unidad de volumen o unidad de área.

50 El espesor típico de la capa de fluido en un microrreactor se puede ajustar a unas pocas decenas de micrómetros (típicamente desde aproximadamente 10 a aproximadamente 500 μm) en el que la difusión tiene un papel importante en el procedimiento de transferencia de masa/calor. Debido a una distancia de difusión corta, el tiempo para que una molécula reactiva difunda a través de la interfaz para reaccionar con otras especies moleculares, se reduce a milisegundos y, en algunos casos, a nanosegundos. Por lo tanto, la tasa de conversión aumenta significativamente y el procedimiento de reacción química parece ser más eficaz.

El micromezclador es un micromezclador estático o cinético, un micromezclador por difusión, un micromezclador de tipo ciclón, un micromezclador por multilaminación, un micromezclador de enfoque o un micromezclador por división y recombinación.

5 Un micromezclador estático es cualquier tipo de micromezclador en el que la mezcla de dos o más fluidos se realiza por difusión y, opcionalmente, se mejora mediante la transferencia de un régimen de flujo laminar a un régimen de flujo de transición o turbulento, tal como se describe en el documento EP 0 857 080.

10 Un micromezclador cinético es un micromezclador en el que incrustaciones especialmente diseñadas producen una mezcla por remolinos artificiales, o en donde la mezcla de dos o más fluidos mejora al aplicar una energía cinética a los fluidos (por ejemplo, agitación, alta presión, pulsos de presión, velocidad de flujo elevada, liberación de la boquilla).

15 Un micromezclador por difusión es un mezclador de tipo estático, en el que los fluidos se canalizan de manera que la distancia entre los fluidos individuales está en el intervalo de los coeficientes de difusión en los parámetros del procedimiento. En la mayoría de los casos, los micromezcladores por difusión se aprovechan de una laminación múltiple de fluidos, tal y como se describe en los documentos EP 1 674 152, EP 1 674 150 y EP 1 187 671.

Un micromezclador de tipo ciclón es un micromezclador basado en la mezcla por rotación de dos o más fluidos, que se insertan de forma asintótica o no asintótica en una cámara de mezcla, proporcionando una velocidad de rotación de cada flujo de fluido que también se describe en el documento EP 1 674 152.

20 Un micromezclador por multilaminación es un dispositivo con microestructura en el que flujos de líquidos individuales se canalizan muy cerca unas de otras en láminas o corrientes de laminación, para reducir la distancia de difusión tal y como se describe en los documentos EP 1 674 152, EP 1 674 150 y EP 1 187 671.

Un micromezclador de enfoque es un mezclador cinético en el que los flujos de líquidos se enfocan hacia un punto de encuentro denso para mezclarse mediante energía cinética y turbulencia.

25 Un micromezclador por división y recombinación es un micromezclador en el que los flujos de líquidos individuales se dividen mediante fuerzas mecánicas o no táctiles (por ejemplo, campos eléctricos, campos magnéticos, flujo de gases), cambian de dirección y de posición y se recombinan, al menos, duplicando el número de subflujos para aumentar el área de difusión.

30 El microintercambiador de calor es un microintercambiador de calor de flujo cruzado, un microintercambiador de calor de flujo a contracorriente, un microintercambiador de calor de flujo equicorriente o un microintercambiador de calor de flujo paralelo con alimentación eléctrica, y/o microrreactores adecuados para la policondensación de la glucosa. Un microintercambiador de calor de flujo cruzado es un intercambiador de calor de placas miniaturizado en el que los flujos de líquidos individuales se canalizan de forma transversal como se describe en el documento EP 1 046 867.

35 Un microintercambiador de calor de flujo a contracorriente es un intercambiador de calor de placas miniaturizado, en el que los flujos de líquidos individuales se canalizan de manera que las entradas y las salidas de ambos líquidos están en dirección opuesta entre sí y, por lo tanto, los flujos de líquidos están dirigidos uno contra otro, lo que también se describe en el documento EP 1 046 867.

40 Un microintercambiador de calor de flujo equicorriente es un intercambiador de calor de placas miniaturizado en el que los flujos de líquidos individuales se canalizan de manera que las entradas y las salidas de ambos líquidos estén en la misma dirección del dispositivo entre sí y, por lo tanto, los flujos de líquidos se ejecutan en paralelo, lo que se describe en el documento EP 1 046 867.

45 Un microintercambiador de calor de flujo paralelo alimentado eléctricamente es un intercambiador de calor miniaturizado en el que la energía de calentamiento o enfriamiento viene dada por elementos eléctricos (cartuchos de resistencia del calentador, elementos Peltier), tal y como se describe, por ejemplo, en los documentos EP 1 046 867, EP 1 402 589, EP 1 402 589.

El microrreactor adecuado para la policondensación de la glucosa es un dispositivo de microcanales, posiblemente integrado con al menos una membrana, paredes laterales porosas o elementos de boquilla de microseparación. El microrreactor de Kreido proporciona soluciones alternativas que poseen una parte móvil que, en su caso, es el cilindro interno, tal y como se describe, por ejemplo, en el documento EP 1 866 066.

50 Un dispositivo de microcanales integrado con una membrana está en el intervalo de 1 a 2000 μm de ancho, 1-2000 μm de profundidad y en contacto directo con la membrana, que forma al menos una pared lateral del canal. La membrana puede ser una membrana de polímero, metal o cerámica con tamaños de poro según las necesidades del procedimiento, que oscilan desde algunos nanómetros hasta el nivel micrométrico. Las paredes laterales porosas tienen poros con las mismas especificaciones que las membranas o elementos de boquilla de microseparación

adecuados para el procedimiento deseado, preferiblemente en el intervalo de algunos nanómetros hasta 1 mm de diámetro.

5 La presente invención se puede referir a un procedimiento en el que el microdispositivo se aplica a presión subatmosférica, presión atmosférica o presión elevada, en el intervalo que oscila desde presiones muy bajas en el intervalo de vacío ultra alto (casi 0 bar) a 1000 bar.

Además, se puede relacionar con un procedimiento en el que la composición y/o la povidexrosa se mantienen a una presión que permite la extracción de agua a una diferencia de presión, es decir, para extraer el agua en forma de vapor de agua o vapor en un vacío.

10 Además, la presente invención se puede referir a un procedimiento en el que la povidexrosa después de abandonar el microdispositivo se desactiva. La desactivación puede incluir la adición de agua, con una base: sosa cáustica, hidróxido de potasio, pero también aminas; a una temperatura elevada en el intervalo de 50 a 150°C para garantizar que la povidexrosa no se solidifique o se vuelva demasiado viscosa en un micromezclador, microintercambiador de calor, un evaporador de microestructura o un secador de vapor de microestructura.

15 Un microintercambiador de calor es un microintercambiador de calor con flujo cruzado, un microintercambiador de calor a contracorriente, un microintercambiador de calor de flujo equicorriente o un microintercambiador de calor de flujo paralelo alimentado eléctricamente y/o microrreactores adecuados para la policondensación de glucosa, de acuerdo con las definiciones proporcionadas anteriormente.

Un evaporador de microestructura es un microintercambiador de calor adecuado y/o diseñado especialmente para la evaporación de líquidos. Se dan ejemplos, por ejemplo, en el documento EP 1 402 589.

20 Un secador de vapor de microestructura es un evaporador de microestructura de acuerdo con la explicación dada, que se usa para secar un flujo de vapor, por ej., para obtener una cristalización de contenidos sólidos en el vapor.

La presente invención se puede referir además a un procedimiento en el que se añade un poliol (= alcohol de azúcar) en la etapa a) y/o la etapa b) del procedimiento para preparar povidexrosa.

25 El poliol (es un alcohol de azúcar) se proporciona en forma sólida o líquida y se selecciona a partir de triitoles, tetritoles, pentitoles, hexitoles, disacáridos hidrogenados, trisacáridos hidrogenados, tetrasacáridos hidrogenados, maltodextrinas hidrogenadas y mezclas de dos o más de los mismos.

Más específicamente, el poliol se selecciona a partir del grupo que consiste en glicerol, eritritol, treitol, arabinitol, xilitol, ribitol, alitol, altritol, gultol, galactitol, manitol, sorbitol, talitol, maltitol, isomaltitol, isomalt, lactitol y mezclas de dos o más de los mismos.

30 En una realización preferida, el poliol se selecciona a partir del grupo que consiste en maltitol, isomalt, manitol, sorbitol, xilitol, eritritol y mezclas de uno o más de los mismos. En una realización más preferida, el poliol se selecciona entre los hexitoles, lo más preferiblemente sorbitol. Preferiblemente, la cantidad de alcoholes de azúcar usados en el material de partida es de 0 a 20% en peso de glucosa, más preferiblemente de 1 a 15% en peso, lo más preferiblemente de 5 a 15% en peso.

35 Además, se puede relacionar con un procedimiento en el que la composición se mezcla previamente o se mezcla mediante micromezcladores integrados para obtener una proporción de masa de los reactivos de acuerdo con el procedimiento deseado, preferiblemente la glucosa en una cantidad entre 50% en peso y 90% en peso, más preferiblemente entre 70% en peso y 80% en peso, el poliol en una cantidad entre 50% en peso y 0% en peso, más preferiblemente entre 30% en peso y 0% en peso, o entre 20% en peso y 10% en peso, y el catalizador ácido entre 40 10% en peso y 0% en peso, más preferiblemente 1% en peso.

En una realización específica, la glucosa y opcionalmente el poliol (dependiendo del hecho de si el poliol se añade realmente al procedimiento) se proporcionan en forma fundida. La glucosa y el poliol se pueden fundir por separado o juntos, partiendo de una forma sólida o una solución acuosa con alto contenido de sustancia seca en donde primero se elimina el agua y luego se calienta la solución para obtener una masa fundida de la glucosa (y 45 opcionalmente un poliol). Estas etapas ya se pueden realizar también en los microrreactores. El catalizador acidificante se añade antes de que comience la reacción de policondensación. La povidexrosa así obtenida se puede aplicar como tal enfriando la povidexrosa y añadiendo agua para obtener una solución acuosa de la povidexrosa. Normalmente, la povidexrosa se proporciona en un contenido en materia seca de 30 a 80%, preferiblemente de 50 a 70%. En una sola etapa a través del microrreactor, el grado de polimerización de la 50 povidexrosa ya es significativo. El grado de polimerización se aplica como en la química de polímeros y se refiere al número de unidades repetidas en la cadena. El grado de polimerización es una medida del peso molecular y el peso molecular del monómero se calcula en aproximadamente 162. El grado de polimerización de la povidexrosa se puede aumentar aún más mediante el reciclado de la povidexrosa lo que aumenta el contenido en materia seca (reduce el contenido en agua - agua que se forma durante la reacción de policondensación) antes del reciclado en el 55 microrreactor.

Por lo tanto, la povidextrona se recoge y el contenido en materia seca de la povidextrona recogida se incrementa al eliminar el agua y la povidextrona se recicla a la etapa c) y/o se inyecta a través de al menos otro microdispositivo. A través de este reciclado, se incrementa el rendimiento y/o el grado de polimerización de la povidextrona.

5 El microrreactor para el reciclado podría ser el mismo que se usó antes en el procedimiento o se puede aplicar un conjunto de múltiples microrreactores (al menos dos o más).

10 En otra realización más, la glucosa y opcionalmente el poliol (dependiendo del hecho de si el poliol se añade realmente en el procedimiento) se proporcionan como una solución acuosa que tiene un contenido en materia seca del 50 al 99%, preferiblemente del 70 al 99%, más preferiblemente del 80 al 95%. Mediante la aplicación de soluciones acuosas se obtiene un manejo fácil y no es necesario partir de materiales altamente puros o cristalinos, o de formas solidificadas. También se pueden aplicar soluciones acuosas de materiales de partida menos puros. Después de un secado, opcionalmente en un microrreactor, seguido de una reacción de policondensación en el microrreactor, la povidextrona así obtenida aumenta el contenido en materia seca y se recicla en el microrreactor para aumentar aún más el grado de polimerización. El microrreactor podría ser el mismo que el que se empleó antes en el procedimiento o se puede aplicar un conjunto de múltiples microrreactores (al menos dos o más).

15 La temperatura del procedimiento es de 100°C a 350°C, preferiblemente de 150°C a 250°C, más preferiblemente de 180°C a 200°C.

Antes de recoger la povidextrona, se puede enfriar utilizando un microintercambiador de calor.

Se ha encontrado sorprendentemente, que el microdispositivo tiene un efecto beneficioso sobre la policondensación de la glucosa aunque está presente un catalizador acidificante (= ácido).

20 Además, se ha encontrado sorprendentemente que la reacción de policondensación tiene lugar a altas temperaturas, tales como de 150°C a 250°C, sin pérdidas significativas de producto ni formación significativa de subproductos.

25 En las reacciones de policondensación de la glucosa, y opcionalmente con adición o en presencia del poliol, suele ser interesante obtener un producto de peso molecular específico o una gama de productos con pesos moleculares específicos, ya que las propiedades de la povidextrona generalmente dependerán del peso molecular. Los pesos moleculares más altos o más bajos que los pesos deseados son igualmente no deseables. Dado que el grado de polimerización es una función del tiempo de reacción, el peso molecular deseado se puede obtener desactivando la reacción en el momento apropiado. Se ha observado que al aplicar un microdispositivo, el tiempo de reacción que generalmente dura al menos 1 a 2 horas, incluso hasta 6 horas, se puede reducir a menos de 30 minutos, incluso a un tiempo de residencia de menos de 5 minutos, incluso a un tiempo de residencia de menos de 2 minutos.

30 Se describe un procedimiento en el que se aplica glucosa, el catalizador acidificante es ácido cítrico, el poliol es sorbitol y se obtiene povidextrona. Más específicamente, se describe un procedimiento para preparar povidextrona y dicho procedimiento comprende las siguientes etapas:

- a. adquirir glucosa
- 35 b. añadir sorbitol y ácido cítrico para preparar una composición ácida, potencialmente en un microdispositivo
- c. inyectar la composición a través de un microdispositivo
- d. eliminar el agua formada de la povidextrona,
- e. opcionalmente reciclar la povidextrona en la etapa c)
- f. recoger la povidextrona

40 El reciclado de la povidextrona en la etapa c) puede continuar hasta que se alcance el grado deseado de polimerización.

Además, la formación de productos de degradación tales como furanos, furfural y 5-hidroximetilfurfural (5HMF) también se reduce significativamente al aplicar los microrreactores.

45 La povidextrona recogida se puede usar tal como está o se puede purificar adicionalmente mediante un tratamiento cromatográfico o hidrogenación de los azúcares reductores residuales (carbohidratos) que pueden tener un efecto sobre el sabor y el color del producto final.

La presente invención se refiere además al uso de un microdispositivo para reacciones de policondensación de glucosa, opcionalmente en presencia de polioles para la preparación de povidextrona.

50 Se describe una disposición de microdispositivos que permite un paso único o un paso múltiple a través de una composición inyectada a través del microdispositivo, una nueva mezcla de la povidextrona recogida con la

composición inicial para un paso múltiple o un paso múltiple completo a través de la composición.

Otras disposiciones podrían incluir: a) microdispositivo - evaporador - microdispositivo (igual que el primero o diferente) y b) varias iteraciones de a) y c) microdispositivo - evaporador con recirculación en el mismo microdispositivo.

- 5 La invención se ilustrará a continuación en forma de una serie de ejemplos.

Ejemplos

Ejemplo 1 - Se suministra glucosa fundida.

La dextrosa anhidra cristalina (C*Dex02402) se fundió a una temperatura de 155°C. En paralelo, se fundió sorbitol sólido (C*Sorbitol P16656) a 120°C y se añadió ácido cítrico en una relación en peso de 10:1 (sorbitol/ácido cítrico). La masa fundida de dextrosa se bombeó a un micromezclador (V-Mischer 1013-K-8.3, KIT, IMVT) con una tasa de 150 g/min y se mezcló intensamente con la mezcla de sorbitol/ácido cítrico que también se había bombeado al micromezclador (V-Mischer 1013-K-8.3, KIT, IMVT) en una proporción de 10 partes de dextrosa fundida y 1 parte de sorbitol/ácido cítrico fundido. Esta mezcla se transportó inmediatamente a un microintercambiador de calor (Kreuzströmer 678-K-1.3, KIT, IMVT) que elevó la temperatura de la masa de reacción a 175°C. El tiempo de residencia fue de aproximadamente 90 segundos. Posteriormente, la masa de reacción se enfrió en un microintercambiador de calor (Kreuzströmer 678-K-1.3, KIT, IMVT) a 110°C y se mezcló con agua en un micromezclador (V-Mischer 1013-K-8.3, KIT, IMVT) para obtener una solución de povidona con un contenido en sólidos del 50% (p/p). El análisis de HPLC (ISO 10504:1998-10, derivados de almidón - Determinación de la composición de jarabes de glucosa, jarabes de fructosa y jarabes de glucosa hidrogenada - Método que utiliza cromatografía líquida de alto rendimiento) mostraba un contenido en povidona del 49,8% (= la suma de los oligómeros que tenían un grado de polimerización 2 y superior).

Ejemplo 2 - Se suministra solución de glucosa acuosa

Se mezcló dextrosa anhidra cristalina (C*Dex02402) con sorbitol sólido (C*Sorbitol P16656) y ácido cítrico en una relación en peso de 90:10:1. Esta mezcla seca se mezcló con agua a 80°C para obtener una solución con un contenido en sólidos del 80% (p/p). La solución resultante se bombeó con una tasa de 20 ml/min a un microintercambiador de calor (Kreuzstromreaktormodul 1694-X-19.0, KIT, IMVT) que llevó la temperatura del producto a 200°C. La povidona salió del microintercambiador de calor después de un tiempo de residencia de 70 segundos y se diluyó con agua hasta un contenido en sólidos del 50% (p/p). El análisis de HPLC (ISO 10504:1998-10) mostraba un contenido en povidona del 54,7% (= la suma de los oligómeros que tenían un grado de polimerización 2 y superior).

Ejemplo 3 - Se suministra una solución acuosa de glucosa + reciclado de povidona

Se mezcló dextrosa anhidra cristalina (C*Dex02402) con sorbitol sólido (C*Sorbitol P16656) y ácido cítrico en una relación en peso de 90:10:1. Esta mezcla seca se mezcló con agua a 80°C para obtener una solución con un contenido en sólidos del 80% (p/p). La solución resultante se bombeó con una tasa de 20 ml/min a un microintercambiador de calor (Kreuzstromreaktormodul 1694-X-19.0, KIT, IMVT) que llevó la temperatura del producto a 200°C. El producto de la policondensación (= povidona) salió del microintercambiador de calor después de un tiempo de residencia de 70 segundos y se pulverizó en una cámara de recogida. Durante esa etapa, el agua se evaporó parcialmente, lo que aumentó aún más el contenido en materia seca y el grado de polimerización de la povidona. La masa de reacción se transportó a un segundo microintercambiador de calor (Kreuzstromreaktormodul 1694-X-19.0, KIT, IMVT) en donde el producto se calentó nuevamente durante 70 segundos a 200°C. Posteriormente, el producto de la policondensación (= povidona) se diluyó con agua hasta un contenido en sólidos del 50% (p/p). El análisis de HPLC (ISO 10504:1998-10) mostraba un contenido en povidona del 80,0% (= la suma de los oligómeros que tenían un grado de polimerización 2 y superior) que es significativamente más alto que el que se encuentra en el ejemplo 2.

45

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para preparar povidexrosa y dicho procedimiento comprende las siguientes etapas:
 - a) adquirir glucosa
 - b) añadir un catalizador acidificante para preparar una composición ácida
 - 5 c) inyectar la composición a través de un microdispositivo
 - d) recoger la povidexrosa,

en donde el microdispositivo contiene micromezcladores, microintercambiadores de calor y/o microrreactores adecuados para la policondensación de carbohidratos.
- 10 2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que el micromezclador es un micromezclador estático o cinético, un micromezclador por difusión, un micromezclador de tipo ciclón, un micromezclador de multilaminación, un micromezclador de enfoque o un micromezclador por división y recombinación.
3. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que el microintercambiador de calor es un microintercambiador de calor de flujo cruzado, un microintercambiador de calor a contracorriente, un microintercambiador de calor de flujo equicorriente o un microintercambiador de calor de flujo paralelo alimentado eléctricamente.
- 15 4. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que el microrreactor es un dispositivo de microcanales integrado con una membrana, paredes laterales porosas o elementos de boquilla de microseparación.
5. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el microdispositivo se aplica a presión atmosférica o a presión elevada en el intervalo de 1 a 40 bar.
- 20 6. Un procedimiento según la reivindicación 5, en el que la composición y/o la povidexrosa se mantienen a una presión que permite la extracción de agua a una diferencia de presión.
7. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que además se añade un poliol en la etapa a) y/o b).
8. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el carbohidrato y/o el poliol se funden.
- 25 9. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el contenido en materia seca de la composición ácida es del 50 al 99%.
10. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que se recoge la povidexrosa y se aumenta el contenido en materia seca de la povidexrosa recogida eliminando agua y la povidexrosa se recicla a la etapa c) y/o se inyecta a través de al menos otro microdispositivo.
- 30 11. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que la composición se mezcla previamente o se mezcla mediante micromezcladores integrados.
12. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que la povidexrosa después de haber salido del microdispositivo se desactiva en un microintercambiador de calor, un evaporador de microestructura o un secador a vapor de microestructura.
- 35 13. Uso de un microdispositivo para la policondensación de glucosa en donde el microdispositivo contiene micromezcladores, microintercambiadores de calor y/o microrreactores adecuados para la policondensación de carbohidratos.