

FOR INTELLECTUAL PROPERTY

Yo, _____ actuando en nombre y representación de **PRAJ INDUSTRIES LIMITED** con domicilio en **PRAJ Tower, 274-275 Bhumkar Chowk -Hinjewadi Road Hinjewadi Pune 411057 (IN)**, por el presente nombra a la Dra. Mónica Wolf Wasserman, identificada con C. C. No. 51.711.267 y/o al Dr. Jesús M. Méndez Bermúdez, identificado con C. C. No. 13.491.525, miembros de la firma **WOLF • MENDEZ • ABOGADOS ASOCIADOS**, con domicilio en la Diagonal 83A No. 23 - 90, de Bogotá D.C. - Colombia, como sus representantes legales, para que actúen conjunta o separadamente al propósito de recibir notificaciones y nombrar apoderados judiciales o extrajudiciales. En desarrollo de dicha calidad los representantes, o los apoderados que ellos designen, podrán recabar de las autoridades administrativas, trámites de solicitudes de patente, en especial de la patente No. PCT/IN2016/050245 en Colombia a cuyo efecto les faculta para dar ante dichas autoridades todos los pasos necesarios al objeto indicado y en fin tomar todas las medidas que creyeren conducentes al resguardo de nuestros intereses con todas las demás facultades legales necesarias. Este poder comprende además las facultades de recibir, desistir, transigir, conciliar, comprometer, sustituir en todo o en parte, revocar sustituciones y ratificar actuaciones anteriores hechas en calidad de Agentes Oficiosos.

Dado y firmado en India, el día 22 de diciembre de 2017.

(Firma)

The undersigned, Parag Kinge acting on behalf of **PRAJ INDUSTRIES LIMITED**, with domicile in **PRAJ Tower, 274-275 Bhumkar Chowk -Hinjewadi Road Hinjewadi Pune 411057 (IN)**, hereby appoints Dr. Mónica Wolf Wasserman, identified with Citizenship Card No. 51.711.267 and/or Dr. Jesús M. Méndez Bermúdez, identified with Citizenship Card No. 13.491.525, attorneys at law of the firm **WOLF • MENDEZ • ABOGADOS ASOCIADOS** domiciled in Diagonal 83A No. 23 - 90, of Bogotá - Colombia, as our legal representatives, so that either or both said attorneys may act for the purpose of receiving notifications and to appoint attorneys to act in and out of court. In such capacity the representatives, or the attorneys by them appointed, may request from the administrative authorities filing patent applications in particular patent application No. PCT/IN2016/050245 in Colombia for which they are empowered to take before said authorities all the necessary steps for the purposes indicated, and to take any other measures that may be deemed conducive to the safeguard of our interests, with all necessary legal faculties to receive, withdrawal, compromise, transact, conciliate, substitute in all or in part, to revoke substitutions and ratify acts done as attorney de facto.

Given and signed in India on December 22, 2017.

(Signature)

CORPORATE SEAL
TO BE AFFIXED



REIVINDICACIONES

1. Un método para la preparación de melaza de prueba alta a partir de caña de azúcar o jugo de remolacha azucarera que comprende:
 - 5 (a) concentrar dicho jugo por evaporación para contener una mayor cantidad de sacarosa formando un jarabe concentrado;
 - (b) adicionar una cantidad deseada de ácido orgánico a dicho jarabe creando una mezcla de reacción; y
 - (c) tratar dicha mezcla de reacción a una temperatura efectiva por un periodo de
10 tiempo deseado para causar la inversión de sacarosa en azúcar invertido formando un producto de melaza de prueba alta.
2. El método de la reivindicación 1, en donde dicho jarabe concentrado comprende hasta 50% en peso de sacarosa.
15
3. El método de la reivindicación 1, en donde dicho ácido orgánico es ácido sulfónico de metano.
4. El método de la reivindicación 1, en donde dicho ácido orgánico es utilizado entre
20 0.1 y 1.0% en peso de jarabe concentrado.
5. El método de la reivindicación 1, en donde dicha temperatura efectiva está en el rango de aproximadamente 75°C a aproximadamente 95°C.
- 25 6. El método de la reivindicación 1, en donde dicho periodo de tiempo deseado varía de aproximadamente 1 hora a aproximadamente 4 horas.

7. El método de la reivindicación 1, en donde la eficiencia de conversión de dicha sacarosa en azúcar invertido es por lo menos 90% en peso.

5 8. El método de la reivindicación 1, en donde la eficiencia de recuperación de dicho azúcar invertido es por encima de 90% en peso.

9. El método de la reivindicación 1, en donde dicha melaza de prueba alta tiene un valor Brix de al menos 85°.

10

RESUMEN

La invención se relaciona con un método para la preparación de un producto de azúcar invertido, denominado melaza de prueba alta, usando parámetros
5 novedosos de reacción. Más particularmente, se relaciona con la preparación de melaza de prueba alta usando un ácido en donde se elimina la pérdida de azúcar debido al uso de ácido y alta temperatura como en los métodos convencionales.

RESUMEN

La invención se relaciona con un método para la preparación de un producto de azúcar invertido, denominado melaza de prueba alta, usando parámetros
5 novedosos de reacción. Más particularmente, se relaciona con la preparación de melaza de prueba alta usando un ácido en donde se elimina la pérdida de azúcar debido al uso de ácido y alta temperatura como en los métodos convencionales.



(51) International Patent Classification:
C13B 20/00 (2011.01)

(21) International Application Number:
PCT/IN2016/050245

(22) International Filing Date:
21 July 2016 (21.07.2016)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data:
2928/MUM/2015 3 August 2015 (03.08.2015) IN

(71) Applicant: **PRAJ INDUSTRIES LIMITED** [IN/IN];
PRAJ Tower, 274-275, Bhumkar Chowk -Hinjewadi Road,
Hinjewadi, Pune 411057 (IN).

(72) Inventors: **SONI, Ajaykumar Chhaganlal**; PRAJ Tower,
274-275, Bhumkar Chowk -Hinjewadi Road, Hinjewadi,
Pune 411057 (IN). **MORE, Sandip Vishnu**; PRAJ Tower,
274-275, Bhumkar Chowk -Hinjewadi Road, Hinjewadi,
Pune 411057 (IN). **BADGUJAR, Mahesh Devidas**; PRAJ
Tower, 274-275, Bhumkar Chowk -Hinjewadi Road, Hin-
jewadi, Pune 411057 (IN).

(81) Designated States (unless otherwise indicated, for every
kind of national protection available): AE, AG, AL, AM,
AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY,
BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM,

DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR,
KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG,
MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM,
PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC,
SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN,
TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Designated States (unless otherwise indicated, for every
kind of regional protection available): ARIPO (BW, GH,
GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ,
TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU,
TJ, TM), European (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE,
DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU,
LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK,
SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,
GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Declarations under Rule 4.17:

— as to applicant's entitlement to apply for and be granted a
patent (Rule 4.17(ii))

Published:

— with international search report (Art. 21(3))
— before the expiration of the time limit for amending the
claims and to be republished in the event of receipt of
amendments (Rule 48.2(h))

(54) Title: METHOD FOR THE PREPARATION OF HIGH TEST MOLASSES

(57) Abstract: The invention relates to a method the preparation of an inverted sugar product, called high test molasses, using novel reaction parameters. More particularly it relates to the preparation of high-test molasses using an acid wherein the loss of sugar due to use of acid and high temperature as in conventional method is eliminated.



WO 2017/021979 A1

TITLE

METHOD FOR THE PREPARATION OF HIGH TEST MOLASSES

FIELD OF THE INVENTION

The invention relates to a method for the preparation of an inverted sugar product, called high test molasses, using novel reaction parameters. More particularly it relates to the preparation of high-test molasses using an acid wherein the loss of sugar due to use of acid and high temperature as in conventional method is eliminated.

10

BACKGROUND

High test molasses [HTM] is made from the sugarcane syrup [optionally also from sugar beet syrup], after removing impurities and concentrating it in boiler up to 85⁰ Brix value. Sucrose in the high test molasses is partially inverted with enzymes or acids to glucose and fructose. It is necessary to invert the sucrose to avoid it being crystallized or solidified in the storage tanks at high concentrations. The composition of high test molasses differs from the traditional molasses and because of their higher sugar content, it is used mainly

20 for production of alcohol. Due to their sweetness and liquid form, high test molasses is also utilized in food, baking and pharmaceutical industries. The shelf life of it is about six months, depending on storage and climatic conditions. Further such inverted sugar provides more powerful preserving qualities (a longer shelf life) to products that use it.

Traditionally, inverted sugar is produced from sucrose using mineral acids like H_2SO_4 and HCl. This conventional method is corrosive, has low conversion efficiency, with more sugar loss. Further the obtained inverted sugar is darker in colour due to caramelisation of sugar during the process. The use of invertase enzyme has disadvantages of enzyme inactivation due to substrate contamination and cost. Therefore there is need to provide an improved method with less sugar lose and being economic. Herein this is achieved by using a mild acid treatment for partial inversion of sugarcane syrup; further said
10 treatment is non-corrosive and non-degrading with much less sugar loss and the ease of unit operation.

The present invention provides a method for preparation of high test molasses from sugarcane syrup that is much efficient in terms of sugar recovery and the quality of the final product. Further the method has several advantages over the conventional methods, further providing economic advantages to the use of the disclosed invention.

DETAILED DESCRIPTION OF THE INVENTION

20 High test molasses or inverted sugarcane syrup is prepared from concentrated sugarcane syrup, which is obtained by evaporation of sugarcane juice. The high test molasses is heavy, partially inverted cane syrup (no sugar is yet removed) having Brix value of about 85°. High-test molasses is used largely in distillery and as a

commercial sweetener or in animal feed. High-test molasses is clear to light brown in colour. Generally composition of high test molasses is dependent on the cane juice from which it is made. A typical composition of HTM is as follows:

Parameter	Value
Brix	85 ^g
Sucrose	21 % w/v
Inverted sugar	55 % w/v
Total sugars	76 % w/v

In the earlier years, sulphuric acid was used for the preparation of HTM where about 3 to 5 % of the sugar was destroyed due to high temperature of the reaction in the presence of strong acid like sulphuric acid. The present invention provides a method for the preparation of
10 high test molasses from sugarcane syrup that is much efficient in terms of sugar recovery and quality of the final product.

In one of the embodiment of the present invention, sugarcane syrup having between about 35 % to about 50 % sucrose by weight is used as a starting material. Said syrup is mixed with between about 0.1 % to about 1.0 % by weight of methane sulphonic acid [a mild organic acid]. Then reaction mixture is heated to between about 75 °C to about 95 °C for about 1 hour to about 4 hours. Next, said reaction mass is cooled to

room temperature and then analysed by high performance liquid chromatography to check the sugar composition. Final high test molasses contained between about 47 % to about 55 % total sugar by weight having about 30 % to 45 % inverted sugar by weight. The inversion efficiency obtained at the end of reaction is between about 90 % of theoretical maximum value at the higher MSA concentration of about 0.7 % by weight.

Examples provided below give wider utility of the invention without any limitations as to the variations that may be appreciated by a person skilled in the art. A non-limiting summary of various experimental results is given in the examples, which demonstrate the advantageous and novel aspects of the method of using methane sulphonic acid for the preparation of high test molasses.

EXAMPLE 1

A batch of about 100 mL of concentrated cane syrup having about 53 % total sugar by weight was used as the feedstock, which contained about 47 % sucrose by weight and about 3.6 % inverted sugar by weight. The initial pH of said syrup was about 5. This syrup was mixed with about 0.135 mL (0.25 % by weight) of sulphuric acid and treated at about 90 °C in a water bath for about 1 h to allow inversion of sucrose to inverted sugar. Next, the reaction mass [treated syrup] was cooled to room temperature and analysed by HPLC to check the sugars. The composition was found to be about 53 % total sugar by weight, about

29 % sucrose by weight and about 12.3 % glucose by weight plus about 11.4 % fructose by weight, i.e., about 23.7 % inverted sugar by weight. The pH of this high test molasses was about 3. This method afforded about 45 % inversion of sucrose.

EXAMPLE 2

A batch of about 100 mL of concentrated cane syrup having about 53 % total sugar by weight was used as the feedstock, which contained about 47 % sucrose by weight and about 3.6 % inverted sugar by weight. The initial pH of said syrup was about 5. This syrup was mixed with about 0.16 mL (0.25 % by weight) of methane sulphonic acid and was treated at about 90 °C in a water bath for about 1 h to allow inversion of sucrose to inverted sugar. Next, the reaction mass [treated syrup] was cooled to room temperature and analysed by HPLC to check the sugars. The composition was found to be about 52 % total sugar by weight, about 43 % sucrose by weight and about 3.2 % glucose by weight plus about 3 % fructose by weight, i.e., about 6.1% inverted sugar by weight. The pH of this high test molasses was about 3. This method afforded about 12 % inversion of sucrose.

20

EXAMPLE 3

A batch of about 100 mL of concentrated cane syrup having about 47 % total sugar by weight was used as the feedstock, which contained

about 39 % sucrose by weight and about 9 % inverted sugar by weight. The initial pH of said syrup was about 5. This syrup was mixed with about 0.13 mL (0.20 % by weight) of methane sulphonic acid and was treated at about 90 °C in a water bath for about 3 h to allow inversion of sucrose to inverted sugar. Next, the reaction mass [treated syrup] was cooled to room temperature and analysed by HPLC to check the sugars. The composition was found to be about 46 % total sugar by weight, about 28 % sucrose by weight and about 8.5 % glucose by weight plus about 9 % fructose by weight, i.e., about 17.5 % inverted sugar by weight. The pH of this high test molasses was about 3. This method afforded about 38 % inversion of sucrose.

EXAMPLE 4

A batch of about 100 mL of concentrated cane syrup having about 48 % total sugar by weight was used as the feedstock, which contained about 39 % sucrose by weight and about 9 % inverted sugar by weight. The initial pH of said syrup was about 5. This syrup was mixed with about 0.2 mL (0.30 % by weight) of methane sulphonic acid and was treated at about 90 °C in a water bath for about 3 h to allow inversion of sucrose to inverted sugar. Next, the reaction mass [treated syrup] was cooled to room temperature and analysed by HPLC to check the sugars. The composition was found to be about 48 % total sugar by weight, about 21 % sucrose by weight and about 12 % glucose by weight plus about 13 % fructose by weight, i.e., about 25 % inverted

sugar by weight. The pH of this high test molasses was about 3. This method afforded about 52 % inversion of sucrose.

EXAMPLE 5

To determine the effect of different concentrations of methane sulphonic acid [MSA] on conversion efficiency of sucrose to inverted sugar, about 100 mL of cane syrup having about 51 % total sugar by weight comprising about 40 % sucrose by weight and about 9 % inverted sugar by weight was used. Initial pH of said syrup was about 5. This syrup was mixed with different concentrations of methane sulphonic acid and was allowed to react under stirring carried at about 90 °C using a water bath for about 2 h to prepare high test molasses. The reaction mass [treated syrup] was cooled and analysed by HPLC to check the amounts for inverted sugar in different test samples. The composition of high test molasses varied depending on the amount of MSA used for the treatment as given in the Table 1 below.

TABLE 1:

Amount of MSA	Sucrose (g)	Glucose (g)	Fructose (g)	Total Sugar (g)	Inverted Sugar (g)
Control	43	4.4	4.6	52	9.0
0.1%	38	6.0	6.6	52	12.6
0.2%	34	8.8	9.6	52	18.4
0.3%	25	12.1	12.8	51	25.0
0.4%	14	18.7	19.2	52	37.8
0.5%	4.4	23.7	24.0	52	47.8
0.6%	1.3	25.5	25.5	52	51.0
0.7%	0.9	25.5	25.5	52	51.0

The several advantages of the disclosed invention are listed below:

1. The quality of high test molasses obtained by disclosed method is superior compared with mineral acid treatment as caramel formation is substantially reduced.
2. Disclosed method requires lower retention time for inversion (up to 3 hours) than that of enzymatic method (8 to 10 hours).
3. The handling and use of methane sulphonic acid is easy and safe in the disclosed method.
4. Disclosed method provides substantial reduction in the capital cost due non-corrosive and eco-safe nature of methane sulphonic acid.

5. Disclosed method has efficiency of recovery of sugar at least 90% of theoretical.

Embodiments provided above give wider utility of the invention without any limitations as to the variations that may be appreciated by a person skilled in the art. A non-limiting summary of various embodiments is given above, which demonstrate the advantageous and novel aspects of the process disclosed herein.

CLAIMS

We claim:

1. A method for the preparation of high test molasses from sugarcane or sugar beet juice comprising:
 - (a) concentrating said juice by evaporation to contain a higher amount of sucrose forming a concentrated syrup;
 - (b) adding a desired amount of organic acid to said syrup creating a reaction mixture; and
 - (c) treating said reaction mixture at an effective temperature for a desired time period to cause inversion of sucrose to inverted sugar forming a high test molasses product.
2. The method of claim 1, wherein said concentrated syrup comprises up to 50% by weight of sucrose.
3. The method of claim 1, wherein said organic acid is methane sulphonic acid.
4. The method of claim 1, wherein said organic acid is used between 0.1 to 1.0% by weight of concentrated syrup.
5. The method of claim 1, wherein said effective temperature ranges from about 75° C to about 95° C.

6. The method of claim 1, wherein said desired time period ranges from about 1 hour to about 4 hours.
7. The method of claim 1, wherein efficiency of conversion of said sucrose to inverted sugar is at least 90 % by weight.
8. The method of claim 1, wherein efficiency of recovery of said inverted sugar is above 90 % by weight.
9. The method of claim 1, wherein said high test molasses has Brix value of at least 85°.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/IN2016/050245

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C13B20/00 Version=2016.01

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C13B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

Patseer, IPO Internal Database

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	Chen, James CP, and Chung-Chi Chou. Cane sugar handbook: a manual for cane sugar manufacturers and their chemists. No. Ed. 12. John Wiley and Sons, Inc., 1993. pg 428: para [10.57]	1-9



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

13-12-2016

Date of mailing of the international search report

13-12-2016

Name and mailing address of the ISA/

Indian Patent Office
Plot No.32, Sector 14,Dwarka,New Delhi-110075
Facsimile No.

Authorized officer

Sandhya Kothari

Telephone No. +91-1125300200

METODO PARA LA PREPARACION DE MELAZA DE PRUEBA ALTA

CAMPO DE LA INVENCION

La invención se relaciona con un método para la preparación de un producto de
5 azúcar invertido, denominado melaza de prueba alta, usando parámetros
novedosos de reacción. Más particularmente, se relaciona con la preparación de
melaza de prueba alta usando un ácido en donde se elimina la pérdida de azúcar
debido al uso de ácido y alta temperatura como en los métodos convencionales.

ANTECEDENTES

La melaza de prueba alta [HTM] se hace a partir del jarabe de la caña de azúcar
(opcionalmente también de jarabe de remolacha azucarera), después de remover
las impurezas y concentrarlo en caldera hasta 85° de valor Brix. La sacarosa en la
melaza de prueba alta se invierte parcialmente con enzimas o ácidos en glucosa y
15 fructosa. Es necesario invertir la sacarosa para evitar que se cristalice o se
solidifique en los tanques de almacenamiento a altas concentraciones. La
composición de melaza de prueba alta difiere de la melaza tradicional y debido a su
contenido de azúcar más alto, es usada principalmente para la producción de
alcohol. Debido a su dulzura y la forma líquida, la melaza de prueba alta también es
20 utiliza en alimentos, panadería e industrias farmacéuticas. La vida útil de ésta es
aproximadamente seis meses, dependiendo de las condiciones de almacenamiento
y climáticas. Además, dicho azúcar invertido suministra cualidad conservantes más
poderosas (una vida útil más larga) a productos que lo usan. Tradicionalmente, el
azúcar invertido es producido a partir de sacarosa usando ácidos minerales como
25 H₂SO₄ y HCl. Este método convencional es corrosivo, tiene baja eficiencia de
conversión, con mayor pérdida de azúcar. Además, el azúcar invertido obtenido es
más oscuro en color debido a la caramelización del azúcar durante el proceso. El
uso de la enzima invertasa tiene desventajas de inactivación de enzima debido a la

contaminación de sustrato y el costo. Por lo tanto, hay una necesidad de suministrar un método mejorado con menos pérdida de azúcar y que sea económico. Esto se logra acá mediante el uso de un tratamiento de ácido suave para inversión parcial del jarabe de caña de azúcar; además dicho tratamiento no es corrosivo y no es degradante con mucha menos pérdida de azúcar y la facilidad de operación de unidad.

La presente invención suministra un método para la preparación de melaza de prueba alta a partir de jarabe de caña de azúcar que es mucho más eficiente en términos de recuperación de azúcar y la calidad del producto final. Además, el método tiene varias ventajas sobre los métodos convencionales, suministrando además ventajas económicas al uso de la invención divulgada.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

La melaza de prueba alta o jarabe de caña de azúcar invertido se prepara a partir de jarabe de caña de azúcar invertido, el cual es obtenido por evaporación de jugo de caña de azúcar. La melaza de prueba alta es un jarabe de caña pesado, parcialmente invertido (no se ha removido ningún azúcar aún) que tiene un valor de Brix de aproximadamente 85°. La melaza de prueba alta es usada ampliamente en destilería y como un endulzante comercial o en alimentación animal. La melaza de prueba alta tiene un color claro a café claro. Generalmente, la composición de la melaza de prueba alta depende del jugo de caña del cual se haga. Una composición típica de HTM es la siguiente:

Parámetro	Valor
Brix	85°
Sacarosa	21% p/p
Azúcar invertido	55% p/p

Azúcares totales	76% p/p
-------------------------	---------

En los primeros años, se utilizó ácido sulfúrico para la preparación de HTM donde aproximadamente 3 a 5% del azúcar se destruía debido a la alta temperatura de la reacción en la presencia del ácido fuerte como el ácido sulfúrico. La presente
5 invención suministra un método para la preparación de melaza de prueba alta a partir de jarabe de caña de azúcar que es mucho más eficiente en términos de recuperación de azúcar y calidad del producto final.

En una modalidad de la presente invención, el jarabe de caña de azúcar que tiene
10 entre 35% a aproximadamente 50% de sacarosa en peso es usado como material de inicio. Dicho jarabe se mezcla con entre aproximadamente 0.1-5 a aproximadamente 1.0% en peso de ácido sulfónico de metano [un ácido orgánico suave]. Luego, la mezcla de reacción se calienta a entre aproximadamente 75°C a aproximadamente 95°C por aproximadamente 1 hora a aproximadamente 4 horas.
15 Luego, dicha masa de reacción se enfría a temperatura ambiente y luego se analiza por cromatografía líquida de alto desempeño para verificar la composición de azúcar. La melaza de prueba alta final contenía entre aproximadamente 47% a aproximadamente 55% de azúcar total en peso que tiene aproximadamente 30% a 45% en peso de azúcar invertido. La eficiencia de inversión obtenida al final de la
20 reacción está entre aproximadamente 90% del valor máximo teórico en la mayor concentración de MSA de aproximadamente 0.7% en peso.

Los ejemplos suministrados a continuación dan una utilidad más amplia de la invención sin ninguna limitación con relación a las variaciones que se pueden
25 apreciar por un experto en la materia. Un resumen no limitante de varios resultados experimentales está dado en los ejemplos, lo cual demuestra los aspectos

ventajosos y novedosos del método que utiliza ácido sulfónico de metano para la preparación de melaza de prueba alta.

EJEMPLO 1

5 Un lote de aproximadamente 100 mL de jarabe de caña concentrado que tiene aproximadamente 53% en peso de azúcar total se utilizó como materia prima, el cual contenía aproximadamente 47% en peso de sacarosa y aproximadamente 3.6% en peso de azúcar invertido. El pH inicial de dicho jarabe fue aproximadamente 5. Este jarabe se mezcló con aproximadamente 0.135 mL (0.25% en peso) de ácido

10 sulfúrico y se trató a aproximadamente 90°C en baño de agua por aproximadamente 1 h para permitir la inversión de sacarosa en azúcar invertido. Luego, la masa de reacción [jarabe tratado] se enfrió a temperatura ambiente y se analizó por HPLC para revisar los azúcares. La composición se encontró que tenía aproximadamente 53% en peso de azúcar total, aproximadamente 29% en peso de sacarosa y

15 aproximadamente 12.3% en peso de glucosa más aproximadamente 11.4% en peso de fructosa, es decir, aproximadamente 23.7% en peso de azúcar invertido. El pH de esta melaza de prueba alta fue aproximadamente 3. Este método suministró aproximadamente 45% de inversión de sacarosa.

EJEMPLO 2

Un lote de aproximadamente 100 mL de jarabe de caña concentrado que tiene aproximadamente 53% en peso de azúcar total se utilizó como materia prima, el cual contenía aproximadamente 47% en peso de sacarosa y aproximadamente 3.6% en peso de azúcar invertido. El pH inicial de dicho jarabe era

25 aproximadamente 5. Este jarabe se mezcló con aproximadamente 0.16 mL (0.25% en peso) de ácido sulfónico de metano y se trató a aproximadamente 90°C en un baño de agua por aproximadamente 1 h para permitir la inversión de sacarosa en azúcar invertido. Luego, la masa de reacción [jarabe tratado] se enfrió a temperatura

ambiente y se analizó por HPLC para revisar los azúcares. Se encontró que la composición era aproximadamente 52% en peso de azúcar total, aproximadamente 43% en peso de sacarosa y aproximadamente 3.2% en peso de glucosa más aproximadamente 3% en peso de fructosa, es decir, aproximadamente 6.1% en peso de azúcar invertido. El pH de esta melaza de prueba alta fue aproximadamente 3. Este método suministró aproximadamente 12% de inversión de sacarosa.

EJEMPLO 3

Un lote de aproximadamente 100 mL de jarabe de caña concentrado que tiene aproximadamente 47% en peso de azúcar total se utilizó como materia prima, el cual contenía aproximadamente 39% en peso de sacarosa y aproximadamente 9% en peso de azúcar invertido. El pH inicial de dicho jarabe era aproximadamente 5. Este jarabe se mezcló con aproximadamente 0.13 mL (0.20% en peso) de ácido sulfónico de metano y se trató a aproximadamente 90°C en un baño de agua por aproximadamente 3 h para permitir la inversión de sacarosa en azúcar invertido. Luego, la masa de reacción [jarabe tratado] se enfrió a temperatura ambiente y se analizó por HPLC para revisar los azúcares. Se encontró que la composición era aproximadamente 46% en peso de azúcar total, aproximadamente 28% en peso de sacarosa y aproximadamente 8.5% en peso de glucosa más aproximadamente 9% en peso de fructosa, es decir, aproximadamente 17.5% en peso de azúcar invertido. El pH de esta melaza de prueba alta fue aproximadamente 3. Este método suministró aproximadamente 38% de inversión de sacarosa.

EJEMPLO 4

Un lote de aproximadamente 100 mL de jarabe de caña concentrado que tiene aproximadamente 48% en peso de azúcar total se utilizó como materia prima, el cual contenía aproximadamente 39% en peso de sacarosa y aproximadamente 9% en peso de azúcar invertido. El pH inicial de dicho jarabe era aproximadamente 5.

Este jarabe se mezcló con aproximadamente 0.2 mL (0.30% en peso) de ácido sulfónico de metano y se trató a aproximadamente 90°C en un baño de agua por aproximadamente 3 h para permitir la inversión de sacarosa en azúcar invertido. Luego, la masa de reacción [jarabe tratado] se enfrió a temperatura ambiente y se analizó por HPLC para revisar los azúcares. Se encontró que la composición era aproximadamente 48% en peso de azúcar total, aproximadamente 21% en peso de sacarosa y aproximadamente 12% en peso de glucosa más aproximadamente 13% en peso de fructosa, es decir, aproximadamente 25% en peso de azúcar invertido. El pH de esta melaza de prueba alta fue aproximadamente 3. Este método suministró aproximadamente 52% de inversión de sacarosa.

EJEMPLO 5

Para determinar el efecto de diferentes concentraciones de ácido sulfónico de metano [MSA] en eficiencia de conversión de sacarosa en azúcar invertido, se utilizó aproximadamente 100 mL de jarabe de caña que tiene aproximadamente 51% en peso de azúcar total que comprende aproximadamente 40% en peso de sacarosa y aproximadamente 9% en peso de azúcar invertido. El pH inicial de dicho jarabe fue aproximadamente 5. Este jarabe se mezcló con diferentes concentraciones de ácido sulfónico de metano y se dejó reaccionar bajo agitación llevada a cabo a aproximadamente 90°C usando un baño de agua por aproximadamente 2 h para preparar melaza de prueba alta. La masa de reacción [jarabe tratado] se enfrió y se analizó por HPLC para revisar las cantidades de azúcar invertido en diferentes muestras de prueba. La composición de melaza de prueba alta varió dependiendo de la cantidad de MSA usado para el tratamiento como se indica en la Tabla 1 a continuación.

Cantidad de MSA	Sacarosa (g)	Glucosa (g)	Fructosa (g)	Azúcar Total (g)	Azúcar Invertido (g)
--------------------	-----------------	----------------	-----------------	---------------------	-------------------------

Control	43	4.4	4.6	52	9.0
0.1%	38	6.0	6.6	52	12.6
0.2%	34	8.8	9.6	52	18.4
0.3%	25	12.1	12.8	51	25.0
0.4%	14	18.7	19.2	52	37.8
0.5%	4.4	23.7	24.0	52	47.8
0.6%	1.3	25.5	25.5	52	51.0
0.7%	0.9	25.5	25.5	52	51.0

Las varias ventadas de la invención divulgada se enuncian a continuación:

1. La calidad de la melaza de prueba alta obtenida por el método divulgado es superior en comparación con el tratamiento de ácido mineral ya que se reduce sustancialmente la formación de caramelo.
2. El método divulgado requiere menor tiempo de retención para inversión (hasta 3 horas) que el del método enzimático (8 a 10 horas).
3. El manejo y uso del ácido sulfónico de metano es fácil y seguir en el método divulgado.
4. El método divulgado suministra reducción sustancial en el costo capital debido a la naturaleza no corrosiva y eco-amigable del ácido sulfónico de metano.
5. El método divulgado tiene eficiencia de recuperación de azúcar de por lo menos 90% de la teórica.

Las modalidades suministradas anteriormente dan una utilidad más amplia de la invención sin ninguna limitación con relación a las variaciones como se puede apreciar por un experto en la materia. Un resumen no limitante de varias modalidades se suministró anteriormente, el cual demuestra los aspectos ventajosos y novedosos del proceso divulgado acá.

REIVINDICACIONES

1. Un método para la preparación de melaza de prueba alta a partir de caña de azúcar o jugo de remolacha azucarera que comprende:
 - 5 (a) concentrar dicho jugo por evaporación para contener una mayor cantidad de sacarosa formando un jarabe concentrado;
 - (b) adicionar una cantidad deseada de ácido orgánico a dicho jarabe creando una mezcla de reacción; y
 - (c) tratar dicha mezcla de reacción a una temperatura efectiva por un periodo de
10 tiempo deseado para causar la inversión de sacarosa en azúcar invertido formando un producto de melaza de prueba alta.
2. El método de la reivindicación 1, en donde dicho jarabe concentrado comprende hasta 50% en peso de sacarosa.
15
3. El método de la reivindicación 1, en donde dicho ácido orgánico es ácido sulfónico de metano.
4. El método de la reivindicación 1, en donde dicho ácido orgánico es utilizado entre
20 0.1 y 1.0% en peso de jarabe concentrado.
5. El método de la reivindicación 1, en donde dicha temperatura efectiva está en el rango de aproximadamente 75°C a aproximadamente 95°C.
- 25 6. El método de la reivindicación 1, en donde dicho periodo de tiempo deseado varía de aproximadamente 1 hora a aproximadamente 4 horas.

7. El método de la reivindicación 1, en donde la eficiencia de conversión de dicha sacarosa en azúcar invertido es por lo menos 90% en peso.
8. El método de la reivindicación 1, en donde la eficiencia de recuperación de dicho
5 azúcar invertido es por encima de 90% en peso.
9. El método de la reivindicación 1, en donde dicha melaza de prueba alta tiene un valor Brix de al menos 85°.

RESUMEN

La invención se relaciona con un método para la preparación de un producto de azúcar invertido, denominado melaza de prueba alta, usando parámetros
5 novedosos de reacción. Más particularmente, se relaciona con la preparación de melaza de prueba alta usando un ácido en donde se elimina la pérdida de azúcar debido al uso de ácido y alta temperatura como en los métodos convencionales.

METODO PARA LA PREPARACION DE MELAZA DE PRUEBA ALTA

CAMPO DE LA INVENCION

La invención se relaciona con un método para la preparación de un producto de
5 azúcar invertido, denominado melaza de prueba alta, usando parámetros
novedosos de reacción. Más particularmente, se relaciona con la preparación de
melaza de prueba alta usando un ácido en donde se elimina la pérdida de azúcar
debido al uso de ácido y alta temperatura como en los métodos convencionales.

ANTECEDENTES

La melaza de prueba alta [HTM] se hace a partir del jarabe de la caña de azúcar
(opcionalmente también de jarabe de remolacha azucarera), después de remover
las impurezas y concentrarlo en caldera hasta 85° de valor Brix. La sacarosa en la
melaza de prueba alta se invierte parcialmente con enzimas o ácidos en glucosa y
15 fructosa. Es necesario invertir la sacarosa para evitar que se cristalice o se
solidifique en los tanques de almacenamiento a altas concentraciones. La
composición de melaza de prueba alta difiere de la melaza tradicional y debido a su
contenido de azúcar más alto, es usada principalmente para la producción de
alcohol. Debido a su dulzura y la forma líquida, la melaza de prueba alta también es
20 utiliza en alimentos, panadería e industrias farmacéuticas. La vida útil de ésta es
aproximadamente seis meses, dependiendo de las condiciones de almacenamiento
y climáticas. Además, dicho azúcar invertido suministra cualidad conservantes más
poderosas (una vida útil más larga) a productos que lo usan. Tradicionalmente, el
azúcar invertido es producido a partir de sacarosa usando ácidos minerales como
25 H₂SO₄ y HCl. Este método convencional es corrosivo, tiene baja eficiencia de
conversión, con mayor pérdida de azúcar. Además, el azúcar invertido obtenido es
más oscuro en color debido a la caramelización del azúcar durante el proceso. El
uso de la enzima invertasa tiene desventajas de inactivación de enzima debido a la

contaminación de sustrato y el costo. Por lo tanto, hay una necesidad de suministrar un método mejorado con menos pérdida de azúcar y que sea económico. Esto se logra acá mediante el uso de un tratamiento de ácido suave para inversión parcial del jarabe de caña de azúcar; además dicho tratamiento no es corrosivo y no es degradante con mucha menos pérdida de azúcar y la facilidad de operación de unidad.

La presente invención suministra un método para la preparación de melaza de prueba alta a partir de jarabe de caña de azúcar que es mucho más eficiente en términos de recuperación de azúcar y la calidad del producto final. Además, el método tiene varias ventajas sobre los métodos convencionales, suministrando además ventajas económicas al uso de la invención divulgada.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

La melaza de prueba alta o jarabe de caña de azúcar invertido se prepara a partir de jarabe de caña de azúcar invertido, el cual es obtenido por evaporación de jugo de caña de azúcar. La melaza de prueba alta es un jarabe de caña pesado, parcialmente invertido (no se ha removido ningún azúcar aún) que tiene un valor de Brix de aproximadamente 85°. La melaza de prueba alta es usada ampliamente en destilería y como un endulzante comercial o en alimentación animal. La melaza de prueba alta tiene un color claro a café claro. Generalmente, la composición de la melaza de prueba alta depende del jugo de caña del cual se haga. Una composición típica de HTM es la siguiente:

Parámetro	Valor
Brix	85°
Sacarosa	21% p/p
Azúcar invertido	55% p/p

Azúcares totales	76% p/p
-------------------------	---------

En los primeros años, se utilizó ácido sulfúrico para la preparación de HTM donde aproximadamente 3 a 5% del azúcar se destruía debido a la alta temperatura de la reacción en la presencia del ácido fuerte como el ácido sulfúrico. La presente invención suministra un método para la preparación de melaza de prueba alta a partir de jarabe de caña de azúcar que es mucho más eficiente en términos de recuperación de azúcar y calidad del producto final.

En una modalidad de la presente invención, el jarabe de caña de azúcar que tiene entre 35% a aproximadamente 50% de sacarosa en peso es usado como material de inicio. Dicho jarabe se mezcla con entre aproximadamente 0.1-5 a aproximadamente 1.0% en peso de ácido sulfónico de metano [un ácido orgánico suave]. Luego, la mezcla de reacción se calienta a entre aproximadamente 75°C a aproximadamente 95°C por aproximadamente 1 hora a aproximadamente 4 horas. Luego, dicha masa de reacción se enfría a temperatura ambiente y luego se analiza por cromatografía líquida de alto desempeño para verificar la composición de azúcar. La melaza de prueba alta final contenía entre aproximadamente 47% a aproximadamente 55% de azúcar total en peso que tiene aproximadamente 30% a 45% en peso de azúcar invertido. La eficiencia de inversión obtenida al final de la reacción está entre aproximadamente 90% del valor máximo teórico en la mayor concentración de MSA de aproximadamente 0.7% en peso.

Los ejemplos suministrados a continuación dan una utilidad más amplia de la invención sin ninguna limitación con relación a las variaciones que se pueden apreciar por un experto en la materia. Un resumen no limitante de varios resultados experimentales está dado en los ejemplos, lo cual demuestra los aspectos

ventajosos y novedosos del método que utiliza ácido sulfónico de metano para la preparación de melaza de prueba alta.

EJEMPLO 1

5 Un lote de aproximadamente 100 mL de jarabe de caña concentrado que tiene aproximadamente 53% en peso de azúcar total se utilizó como materia prima, el cual contenía aproximadamente 47% en peso de sacarosa y aproximadamente 3.6% en peso de azúcar invertido. El pH inicial de dicho jarabe fue aproximadamente 5. Este jarabe se mezcló con aproximadamente 0.135 mL (0.25% en peso) de ácido
10 sulfúrico y se trató a aproximadamente 90°C en baño de agua por aproximadamente 1 h para permitir la inversión de sacarosa en azúcar invertido. Luego, la masa de reacción [jarabe tratado] se enfrió a temperatura ambiente y se analizó por HPLC para revisar los azúcares. La composición se encontró que tenía aproximadamente 53% en peso de azúcar total, aproximadamente 29% en peso de sacarosa y
15 aproximadamente 12.3% en peso de glucosa más aproximadamente 11.4% en peso de fructosa, es decir, aproximadamente 23.7% en peso de azúcar invertido. El pH de esta melaza de prueba alta fue aproximadamente 3. Este método suministró aproximadamente 45% de inversión de sacarosa.

EJEMPLO 2

Un lote de aproximadamente 100 mL de jarabe de caña concentrado que tiene aproximadamente 53% en peso de azúcar total se utilizó como materia prima, el cual contenía aproximadamente 47% en peso de sacarosa y aproximadamente 3.6% en peso de azúcar invertido. El pH inicial de dicho jarabe era
25 aproximadamente 5. Este jarabe se mezcló con aproximadamente 0.16 mL (0.25% en peso) de ácido sulfónico de metano y se trató a aproximadamente 90°C en un baño de agua por aproximadamente 1 h para permitir la inversión de sacarosa en azúcar invertido. Luego, la masa de reacción [jarabe tratado] se enfrió a temperatura

ambiente y se analizó por HPLC para revisar los azúcares. Se encontró que la composición era aproximadamente 52% en peso de azúcar total, aproximadamente 43% en peso de sacarosa y aproximadamente 3.2% en peso de glucosa más aproximadamente 3% en peso de fructosa, es decir, aproximadamente 6.1% en peso de azúcar invertido. El pH de esta melaza de prueba alta fue aproximadamente 3. Este método suministró aproximadamente 12% de inversión de sacarosa.

EJEMPLO 3

Un lote de aproximadamente 100 mL de jarabe de caña concentrado que tiene aproximadamente 47% en peso de azúcar total se utilizó como materia prima, el cual contenía aproximadamente 39% en peso de sacarosa y aproximadamente 9% en peso de azúcar invertido. El pH inicial de dicho jarabe era aproximadamente 5. Este jarabe se mezcló con aproximadamente 0.13 mL (0.20% en peso) de ácido sulfónico de metano y se trató a aproximadamente 90°C en un baño de agua por aproximadamente 3 h para permitir la inversión de sacarosa en azúcar invertido. Luego, la masa de reacción [jarabe tratado] se enfrió a temperatura ambiente y se analizó por HPLC para revisar los azúcares. Se encontró que la composición era aproximadamente 46% en peso de azúcar total, aproximadamente 28% en peso de sacarosa y aproximadamente 8.5% en peso de glucosa más aproximadamente 9% en peso de fructosa, es decir, aproximadamente 17.5% en peso de azúcar invertido. El pH de esta melaza de prueba alta fue aproximadamente 3. Este método suministró aproximadamente 38% de inversión de sacarosa.

EJEMPLO 4

Un lote de aproximadamente 100 mL de jarabe de caña concentrado que tiene aproximadamente 48% en peso de azúcar total se utilizó como materia prima, el cual contenía aproximadamente 39% en peso de sacarosa y aproximadamente 9% en peso de azúcar invertido. El pH inicial de dicho jarabe era aproximadamente 5.

Este jarabe se mezcló con aproximadamente 0.2 mL (0.30% en peso) de ácido sulfónico de metano y se trató a aproximadamente 90°C en un baño de agua por aproximadamente 3 h para permitir la inversión de sacarosa en azúcar invertido. Luego, la masa de reacción [jarabe tratado] se enfrió a temperatura ambiente y se analizó por HPLC para revisar los azúcares. Se encontró que la composición era aproximadamente 48% en peso de azúcar total, aproximadamente 21% en peso de sacarosa y aproximadamente 12% en peso de glucosa más aproximadamente 13% en peso de fructosa, es decir, aproximadamente 25% en peso de azúcar invertido. El pH de esta melaza de prueba alta fue aproximadamente 3. Este método suministró aproximadamente 52% de inversión de sacarosa.

EJEMPLO 5

Para determinar el efecto de diferentes concentraciones de ácido sulfónico de metano [MSA] en eficiencia de conversión de sacarosa en azúcar invertido, se utilizó aproximadamente 100 mL de jarabe de caña que tiene aproximadamente 51% en peso de azúcar total que comprende aproximadamente 40% en peso de sacarosa y aproximadamente 9% en peso de azúcar invertido. El pH inicial de dicho jarabe fue aproximadamente 5. Este jarabe se mezcló con diferentes concentraciones de ácido sulfónico de metano y se dejó reaccionar bajo agitación llevada a cabo a aproximadamente 90°C usando un baño de agua por aproximadamente 2 h para preparar melaza de prueba alta. La masa de reacción [jarabe tratado] se enfrió y se analizó por HPLC para revisar las cantidades de azúcar invertido en diferentes muestras de prueba. La composición de melaza de prueba alta varió dependiendo de la cantidad de MSA usado para el tratamiento como se indica en la Tabla 1 a continuación.

Cantidad de MSA	Sacarosa (g)	Glucosa (g)	Fructosa (g)	Azúcar Total (g)	Azúcar Invertido (g)
--------------------	-----------------	----------------	-----------------	---------------------	-------------------------

Control	43	4.4	4.6	52	9.0
0.1%	38	6.0	6.6	52	12.6
0.2%	34	8.8	9.6	52	18.4
0.3%	25	12.1	12.8	51	25.0
0.4%	14	18.7	19.2	52	37.8
0.5%	4.4	23.7	24.0	52	47.8
0.6%	1.3	25.5	25.5	52	51.0
0.7%	0.9	25.5	25.5	52	51.0

Las varias ventadas de la invención divulgada se enuncian a continuación:

1. La calidad de la melaza de prueba alta obtenida por el método divulgado es superior en comparación con el tratamiento de ácido mineral ya que se reduce sustancialmente la formación de caramelo.
2. El método divulgado requiere menor tiempo de retención para inversión (hasta 3 horas) que el del método enzimático (8 a 10 horas).
3. El manejo y uso del ácido sulfónico de metano es fácil y seguir en el método divulgado.
4. El método divulgado suministra reducción sustancial en el costo capital debido a la naturaleza no corrosiva y eco-amigable del ácido sulfónico de metano.
5. El método divulgado tiene eficiencia de recuperación de azúcar de por lo menos 90% de la teórica.

Las modalidades suministradas anteriormente dan una utilidad más amplia de la invención sin ninguna limitación con relación a las variaciones como se puede apreciar por un experto en la materia. Un resumen no limitante de varias modalidades se suministró anteriormente, el cual demuestra los aspectos ventajosos y novedosos del proceso divulgado acá.

REIVINDICACIONES

1. Un método para la preparación de melaza de prueba alta a partir de caña de azúcar o jugo de remolacha azucarera que comprende:
 - 5 (a) concentrar dicho jugo por evaporación para contener una mayor cantidad de sacarosa formando un jarabe concentrado;
 - (b) adicionar una cantidad deseada de ácido orgánico a dicho jarabe creando una mezcla de reacción; y
 - (c) tratar dicha mezcla de reacción a una temperatura efectiva por un periodo de
10 tiempo deseado para causar la inversión de sacarosa en azúcar invertido formando un producto de melaza de prueba alta.
2. El método de la reivindicación 1, en donde dicho jarabe concentrado comprende hasta 50% en peso de sacarosa.
15
3. El método de la reivindicación 1, en donde dicho ácido orgánico es ácido sulfónico de metano.
4. El método de la reivindicación 1, en donde dicho ácido orgánico es utilizado entre
20 0.1 y 1.0% en peso de jarabe concentrado.
5. El método de la reivindicación 1, en donde dicha temperatura efectiva está en el rango de aproximadamente 75°C a aproximadamente 95°C.
- 25 6. El método de la reivindicación 1, en donde dicho periodo de tiempo deseado varía de aproximadamente 1 hora a aproximadamente 4 horas.

7. El método de la reivindicación 1, en donde la eficiencia de conversión de dicha sacarosa en azúcar invertido es por lo menos 90% en peso.
8. El método de la reivindicación 1, en donde la eficiencia de recuperación de dicho
5 azúcar invertido es por encima de 90% en peso.
9. El método de la reivindicación 1, en donde dicha melaza de prueba alta tiene un valor Brix de al menos 85°.