



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ Número de publicación: **2 204 472**

⑤① Int. Cl. 7: **C07C 31/26**  
C07C 29/88  
C07C 29/141  
A61K 7/16  
C07C 29/76

⑫

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

⑧⑥ Número de solicitud: **00402952 .6**  
⑧⑥ Fecha de presentación: **25.10.2000**  
⑧⑦ Número de presentación de la solicitud: **1095925**  
⑧⑦ Fecha de publicación de la solicitud: **02.05.2001**

⑤④ Título: **Procedimiento para la preparación de un jarabe de polioles no cristalizables.**

③⑩ Prioridad: **28.10.1999 FR 99 13492**

④⑤ Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**01.05.2004**

④⑤ Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**01.05.2004**

⑦③ Titular/es: **Roquette Frères**  
**62136 Lestrem, FR**

⑦② Inventor/es: **Salome, Jean-Paul;**  
**Ferez, Patrick y**  
**Lefevre, Philippe**

⑦④ Agente: **Durán Moya, Luis Alfonso**

ES 2 204 472 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).

## ES 2 204 472 T3

### DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la preparación de un jarabe de polioles no cristalizables.

5 La presente invención tiene por objeto procedimiento para la preparación de un jarabe de polioles no cristalizables, estable frente al calor y a las sustancias alcalinas.

De manera más precisa, se refiere a un procedimiento para la preparación de un jarabe de polioles susceptible de ser utilizado en la fabricación de productos para el lavado, detergentes, formulación de jarabes farmacéuticos, pastas dentífricas, es decir, en cualquier aplicación que requiere una resistencia a medios alcalinos y/o al calor con respecto a la formación de coloraciones indeseables o compuestos no adaptados desde el punto de vista de su sabor.

10 Se comprende por polioles los productos obtenidos por hidrogenación catalítica de azúcares reductores simples, azúcares reductores complejos, tales como disacáridos, oligosacáridos y polisacáridos, así como sus mezclas, que se designarán a continuación con el término "jarabe de azúcares".

De manera general, los azúcares reductores simples que se destinan a hidrogenación catalítica según la invención son glucosa, xilosa, fructosa y manosa. Los polioles obtenidos son entonces el sorbitol, xilitol y manitol.

20 Los disacáridos son, con mayor frecuencia, maltosa, isomaltulosa, maltulosa, isomaltosa y lactosa, que conducen por hidrogenación catalítica a maltitol, isomalt, isomaltitol y lactitol.

Por composición no cristalizables se comprende en la presente invención las mezclas de polioles que forman jarabes no cristalizables a 20°C y una materia seca de 70% cuando son almacenados en un recipiente hermético al aire durante un mes. A título indicativo, la definición de un jarabe de sorbitol no cristalizables en un sentido de la invención se adapta a la farmacopea europea, 1997, párrafo 0437.

30 Los jarabes de sorbitol son ampliamente utilizados en los campos agroalimentario, farmacéutico y químico. En la formulación de pastas dentífricas y en particular en la fabricación de pastas dentífricas a base de bicarbonato sódico, la utilización de jarabes de sorbitol como humectante es solamente posible si este último es estable en presencia del bicarbonato sódico, y no genera una coloración marrón en el almacenamiento. En efecto, esta coloración aparece por reacción de bicarbonato sobre azúcares reductores: glucosa, maltosa y oligo- y polisacáridos. La intensidad de la coloración aumenta con el número de unidades de polisacáridos, por lo que una molécula de maltosa engendrará mayor coloración que una molécula de dextrosa. La coloración es igualmente acelerada por la temperatura a la que se expone el jarabe. Se ha observado, en efecto, que una misma intensidad de coloración se obtiene cuando se efectúa un almacenamiento de 10 días a 45°C y un almacenamiento de 15 meses a 20°C. Es preferible, por otra parte, que estos jarabes no sean cristalizables, con la finalidad de facilitar su manipulación y su transporte para cualesquiera condiciones climáticas y asegurar la estabilidad a lo largo del tiempo de los productos terminados, preparados a partir de dichos jarabes.

40 Los jarabes de maltitol representan igualmente una clase importante, y son utilizados principalmente para preparar productos alimenticios y farmacéuticos no cariogénicos.

Los jarabes de xilitol, si bien son más costosos, conocen un desarrollo importante en razón de su poder azucarante elevado, sus propiedades dentales y sus diferentes características humectantes.

Es sabido que la coloración de un jarabe de polioles en presencia de sustancias alcalinas está relacionada a la presencia de azúcares libres reductores: glucosa, maltosa, oligo- y polisacáridos.

50 La mejora de la estabilidad de dichos jarabes pasa por lo tanto por la eliminación de estos azúcares libres.

Se han previsto ya diferentes procesos a escala de laboratorio.

55 La patente japonesa JP 51.86406 ofrece perspectivas de mejora de la pureza de jarabe de sorbitol cristalizables utilizando la reducción de glucosa cristalizada en alcalinidad mantenida durante toda la reacción de reducción, con la finalidad de obtener sorbitol de gran pureza y pobre en azúcares no reducidos.

60 No obstante, esta técnica está desprovista de interés práctico a escala industrial, puesto que requiere la puesta en práctica de un dispositivo de alimentación, de control y de regulación oneroso, y la añadidura constante de tampón y de solución alcalina en el curso de la reacción finaliza la etapa de purificación posterior. Este procedimiento es además relativamente contaminante, teniendo en cuenta las cantidades importantes de reactivos utilizados. Además, no hay información sobre la estabilidad de los jarabes de sorbitol resultados de dicho procedimiento.

65 La patente japonesa JP 41.12212 menciona un procedimiento de preparación de sorbitol de pureza máxima que resiste a la acción del calor y las sustancias alcalinas, que consiste en una reducción por adición de hidrógeno a alta presión, previendo regular la solución a pH 8-10 justamente antes de la terminación de la reacción de reducción, o bien llevar a una temperatura de 60-90°C la solución de sorbitol reducida y previamente regulada a pH 8-10 por medio de una sustancia alcalina, y después de descomposición de los azúcares directamente reductores residuales, en separación

## ES 2 204 472 T3

por filtrado con o sin neutralización mediante un ácido y con o sin decoloración sobre carbón, y posteriormente purificación sobre resina de intercambio de iones.

5 Este procedimiento, que se aplica a una solución de sorbitol cristalizante, da lugar a una importante formación de impurezas por el hecho de que los azúcares reductores muestran un tiempo de tratamiento relativamente largo de la orden de cinco horas, y no consigue, por lo tanto, una estabilidad considerada suficiente.

10 Las patentes japonesas JP 63.79844 y JP 7.145090 describen un procedimiento de preparación de polioles estables frente a la acción del calor y de las sustancias alcalinas, que consiste en tratar durante un tiempo de una a dos horas en caliente, y en medio alcalino una solución acuosa de polioles purificada una primera vez por tratamiento con negro de carbón y después sobre resina de intercambio de iones, pasando después a purificar otra vez la solución obtenida 50°C por pasos sobre resina de intercambio de iones. Este procedimiento se dirige particularmente a jarabes de sorbitol cristalizables, obtenidos a partir de jarabes de glucosa de alta pureza. No obstante, estos jarabes cristalizables no están adaptados a una utilización, en especial, en pastas dentífricas en razón de los numerosos inconvenientes que presentan. 15 Por otra parte, este procedimiento se muestra especialmente complejo por las múltiples operaciones que comprenden, y por lo tanto es difícilmente aplicable a escala industrial.

20 La patente EP 0 711 743, de la que es titular la solicitante actual, describe compuestos de polioles que presentan una gran estabilidad química en medio alcalino y una reactividad muy reducida.

Estos compuestos, particularmente adaptados a su utilización en medio básico, necesitan la ausencia de coloración, se obtienen por hidrogenación catalítica de azúcares reductores simples o complejos, y después por estabilización y purificación del jarabe estabilizado.

25 La etapa de estabilización consiste en someter los jarabes de sorbitol obtenidos por hidrogenación a una oxidación, caramelización o fermentación, llevando los jarabes a la densidad óptica inferior o igual a 0,100 en una prueba S.

En efecto, la solicitante había demostrado que una estabilidad suficiente no se podía conseguir más que con reducidos valores en esta prueba, lo cual reflejaba la aptitud de los compuestos a coloración en medio alcalino.

30 Intentando mejorar adicionalmente el rendimiento de dicho procedimiento, y con la preocupación de limitar los residuos minerales orgánicos para preservar el medio ambiente, la solicitante ha puesto a punto, después de largos trabajos de investigación, un procedimiento que permite simultáneamente obtener jarabes de polioles no cristalizables suficientemente estables en medio alcalino y ofrecer fácilmente, limitando las operaciones de purificación, un rendimiento elevado y menor contaminación, lo que no se podía conseguir por las técnicas clásicas conocidas de la técnica anterior.

35 Por esta razón, la solicitante ha descubierto que era conveniente, con la finalidad de obtener jarabes de polioles no cristalizables estables frente al calor y sustancias alcalinas, someter a un jarabe de azúcares que había sufrido una etapa de hidrogenación y de caramelización a una etapa de purificación sobre, como mínimo, la resina catiónica fuerte a una temperatura inferior a 30°C, habiéndose escogido dicha temperatura en función de la proporción de azúcares reductores buscada en el compuesto final.

45 La invención tiene por lo tanto por objetivo un nuevo procedimiento de preparación de un jarabe de polioles no cristalizante, estable frente a la acción del calor y en medio alcalino, que utiliza una etapa de hidrogenación de un jarabe de azúcares y una etapa de caramelización del jarabe de azúcares hidrogenado, caracterizado por el hecho de que el jarabe de azúcares hidrogenado y caramelizado sufre una purificación sobre resinas cambiadoras de iones, comprendiendo dicha purificación, como mínimo, el paso sobre una resina catiónica fuerte a una temperatura inferior a 30°C, escogiéndose dicha temperatura en función de las proporciones de azúcares reductores buscadas en el jarabe de polioles no cristalizante. 50

La solicitante ha demostrado, en efecto, después de numerosos trabajos, la importancia de la temperatura de trabajo en el mantenimiento de la calidad del producto cuando tiene lugar la purificación sobre una resina catiónica fuerte. En efecto, la calidad del compuesto después de purificación, y en particular su proporción de azúcares reductores final, es inversamente proporcional a la temperatura de paso sobre una resina catiónica fuerte. 55

La purificación sobre una resina catiónica fuerte, según la invención, se conduce por lo tanto a una temperatura inferior a 30°C, escogida en función de la relación de azúcares reductores deseada en el compuesto final después de purificación. En efecto, la solicitante ha descubierto que se podía regular la temperatura de paso sobre una resina en función, por una parte, de la relación de azúcares reductores que se consigue después de caramelización y, por otra, por el contenido de azúcares reductores final deseado para el jarabe de polioles purificado. Este contenido deseado varía en función de las aplicaciones a que se destina el jarabe. Para la preparación de pastas dentífricas, a parte de la naturaleza del agente alcalina presente en la pasta, se debe tener en cuenta especialmente la naturaleza de los colorantes utilizados para determinar el límite aceptable de resistencia a la coloración para el jarabe de polioles. En efecto, una ligera coloración amarilla será más fácilmente admitida para pastas con coloración azul. Los aromas utilizados son igualmente un factor a tener en cuenta para determinar el límite de las proporciones de azúcares reductores aceptable. Por esta razón, para ciertas pastas basadas en bicarbonatos, el límite aceptable es de 350 partes por millón de azúcares reductores (expresado en equivalentes de dextrosa y designado a continuación por ppm), y para otros como los 65

## ES 2 204 472 T3

que contienen pirofosfatos, pueden ser convenientes las proporciones que llegan hasta 500 ppm. Esto es igualmente aplicable para otras aplicaciones farmacéuticas, cosméticas o alimenticias.

5 En condiciones óptimas de conducción de la hidrogenación, después de caramelización de un jarabe de polioles no cristalizables, se obtienen valores mínimos de azúcares reductores del orden de 50 a 100 ppm. En estas condiciones, la solicitante ha descubierto que la temperatura máxima a la que se puede purificar un jarabe de este tipo sobre resina catiónica fuerte es de 30°C. Más allá de 30°C, teniendo en cuenta el aumento de las proporciones de azúcares reductores en las resinas, se puede por lo tanto regular la temperatura de paso sobre la resina en función de las proporciones de azúcares reductores deseada en el compuesto final y de las proporciones de azúcares reductores inicialmente presentes  
10 después de caramelización, tal como se indicará más adelante. Por esta razón, el paso sobre resina catiónica fuerte puede ser regulado a una temperatura inferior a 30°C, y más particularmente todavía, comprendida entre 20°C y 30°C si se pretende una proporción muy reducida de azúcares reductores en la composición de polioles según la invención.

15 La purificación es realizada en sí misma según prácticas habituales, es decir, se obtiene, en primer lugar, con el paso sobre una resina catiónica fuerte, y después sobre una resina aniónica fuerte, y después sobre un lecho mixto que está formado por una mezcla dividida entre estas dos resinas. Es igualmente posible modificar el orden de la combinaciones de estas resinas.

20 La resina catiónica fuerte tiene por finalidad eliminar los cationes, tales como especialmente el sodio aportado por la sosa utilizada en la caramelización, y el níquel soluble aportado por el catalizador de hidrogenación.

La resina aniónica fuerte tiene por finalidad eliminar los aniones orgánicos, tales como en especial el gluconato, que es un producto de degradación que procede de la etapa de caramelización.

25 La utilización en una etapa final de un lecho mixto permite optimizar la purificación paliando las eventuales fugas de iones que se hubieran podido producir en las etapas anteriores.

Es preferible utilizar como cambiador de cationes una resina catiónica fuerte que presenta un grupo funcional de tipo sulfónico SO<sub>3</sub>H utilizado en forma de ácido fuerte, por ejemplo, la resina IR 200 C comercializada por ROHM y  
30 HAAS. En lo que respecta a la resina aniónica, es preferible utilizar una resina iónica fuerte, tal como la resina IRA 910, comercializada por el mismo fabricante. El lecho mixto será constituido por una mezcla de las dos resinas.

35 Según una forma de realización ventajosa del procedimiento según la invención, se efectúa la purificación sobre resinas con un caudal que corresponde a 1,5 veces el volumen de la columna de resina atravesada por el jarabe por hora, con la finalidad de evitar tiempos de permanencia demasiado largos en la resina que presentarían el riesgo de favorecer la degradación de la calidad del jarabe de polioles purificado.

40 Según otra forma de realización ventajosa del procedimiento según la invención, la caramelización se lleva a cabo en el reactor de hidrogenación, bajo la acción de hidrógeno y sin separación del catalizador, por introducción de un agente alcalino al final de la reacción de hidrogenación, en un momento en el que el pH es susceptible de ser estable después de la añadidura de este agente alcalino sin haber recurrido para ello a un tampón.

45 La solicitante ha descubierto, en efecto, después de numerosos trabajos, que la etapa de hidrogenación se podía combinar ventajosamente con una caramelización en el mismo reactor, sin añadidura de tampón, a efectos de obtener de manera económica y poco contaminante, después de la purificación, un compuesto de polioles estable en medio alcalino y en caliente a partir de un jarabe de azúcares.

50 Se entiende por caramelización en el sentido de la presente invención una degradación alcalina de azúcares reductores del hidrogenado, que conducen a la formación de enoles correspondientes. Entre los agentes alcalinos que convienen para la caramelización, se puede citar las bases fuertes o débiles. Según una forma de realización preferente, el agente alcalino utilizado para la caramelización es sosa.

55 El jarabe de azúcares sometido al procedimiento según la invención puede consistir en especial en jarabes de glucosa, fructosa, jarabes de glucosa ricos en maltosa o incluso jarabes de xilosa.

De manera ventajosa, el jarabe de azúcares está constituido por 60 a 95% de dextrosa, 0,1 a 20% de maltosa, estando constituido el complemento 100 por poli- y oligosacáridos, estando expresados estos porcentajes en peso con respecto al peso seco de sacáridos contenidos en dicho jarabe.

60 La hidrogenación catalítica es realizada de manera conocida en sí misma, en un reactor de doble envolvente, sobre catalizadores de níquel de Raney, pudiendo ser conveniente cualquier otro catalizador de hidrogenación de azúcares.

65 Preferentemente, se efectúa una presión de hidrógeno comprendida entre 30 y 100 bares, a una temperatura comprendida entre 120 y 150°C, y todavía más preferentemente a una temperatura comprendida entre 130 y 150°C, con la finalidad de optimizar la velocidad de hidrogenación limitando las reacciones secundarias.

Se introduce sosa en el reactor para obtener un pH comprendido entre 9 y 11, preferentemente comprendido entre 9,5 y 11, en el momento en que éste es suficientemente estable para que no tenga que recurrir a una solución tampón o

## ES 2 204 472 T3

para no tener que añadir una cantidad excesiva de sosa con la finalidad de mantener el pH a este valor. Esta situación se obtiene en general al final de 1 hora 30 minutos de hidrogenación, en las condiciones indicadas por la invención.

5 Este criterio de introducción de sosa resulta del estudio de las cinéticas de hidrogenación y las condiciones de caramelización. Cuando el medio reactivo es todavía rico en azúcares reductores libres, la introducción del agente alcalino comporta la inestabilidad del pH que desciende sensiblemente por la conversión de estos azúcares reductores libres en ácidos correspondientes. Por esta razón, más allá de un contenido de azúcares reductores de 0,4% aproximadamente, se observa la formación muy importante de ácidos y, por lo tanto, el descenso de pH que hace ineficaz la acción estabilizadora de la caramelización, y que comporta un ajuste demasiado importante de sosa. Se prefiere por lo tanto introducir el agente alcalino cuando el contenido de azúcares reductores residuales es inferior a 0,2% y todavía más preferentemente inferior o igual a 0,1%.

15 Cuando el pH en el reactor es inferior a 9, la caramelización es insuficiente. Cuando aquél es superior a 11, la caramelización es satisfactoria pero la carga iónica del hidrogenado resulta demasiado importante, lo que comporta un desperdicio consiguiente de cloruros en la regeneración de las resinas cambiadoras de cationes. Para un pH comprendido entre 9,5 y 11, la solicitante ha comprobado que el exceso de sosa en el medio reactivo era suficiente para asegurar la caramelización completa de los azúcares.

20 El procedimiento según la invención permite obtener jarabes de polioles particularmente adaptados a su utilización en la preparación de productos de pH básico, tales como, en especial, pastas dentífricas a base de bicarbonato sódico o de la familia de los fosfatos sódicos, compuestos antiácidos, espumas de afeitarse, cremas depilatorias, o para la fabricación de productos a alta temperatura, alcanzando una rentabilidad inigualada hasta el momento, y un nivel de residuos orgánicos y minerales mínimos.

25 Según una forma de realización ventajosa en el procedimiento según la invención, el jarabe obtenido es un jarabe de sorbitol no cristalizante.

30 Preferentemente, el jarabe de sorbitol no cristalizante obtenido presenta un contenido de sorbitol mínimo de 64% en peso, un contenido de maltitol como mínimo de 6% en peso, constituyendo el contenido de oligo y polisacáridos el complemento a 100%, expresándose estos porcentajes con respecto a materia seca de los polioles presentes en el compuesto.

35 El jarabe susceptible de ser conseguido, según el procedimiento de la invención, puede también ser utilizado ventajosamente en la preparación de productos con pH básico, que contienen agentes alcalinos, o tratados u obtenidos a alta temperatura.

La invención será explicada con ayuda de los ejemplos siguientes.

### Ejemplo 1

40 En un reactor de doble envolvente con una capacidad de 20 litros, conteniendo níquel de Raney en suspensión, se introduce con agitación un jarabe de azúcares, en el que, la composición es la siguiente:

- 45 - dextrosa: 75%/seco
- maltosa: 8%/seco
- maltotriosa: 3,6%/seco
- 50 - DP superiores: 13,4%/seco

La materia seca del medio reactivo es de 40% en peso, y el contenido en níquel de Raney es de 5% en peso, expresados con respecto al peso seco.

55 La hidrogenación se lleva a cabo durante 1h 30m a una presión de 50 bares y una temperatura de 140°C.

60 Se introduce entonces una solución de sosa al 3% en peso durante 15 minutos de manera que se lleva el pH del hidrogenado a un valor de 10,8. Se comprueba que el pH es estable, siendo el contenido en azúcares reductores inferior a 0,4% en peso.

Se continúa la hidrogenación durante 20 minutos.

65 Después de ello, se interrumpe la agitación del reactor, se deja decantar durante 15 minutos y se vacía el sobrenadante hacia un decantador con la finalidad de recuperar el catalizador. El sobrenadante del decantador es filtrado a continuación con la finalidad de eliminar las últimas trazas de catalizador.

Se somete al jarabe obtenido de este modo, después de haberlo enfriado a 25°C, a purificación sobre una resina catiónica fuerte, y después sobre resina aniónica, y a continuación sobre un lecho mixto.

## ES 2 204 472 T3

Se somete a continuación el jarabe obtenido a una prueba de estabilidad a los agentes alcalinos. Esta prueba, llamada prueba S se describe la patente EP 711 743, de la que es titular la solicitante. La estabilidad de los compuestos de polioles es tanto mayor cuanto más bajo es el valor obtenido en esta prueba S (densidad óptica inferior a 0,1).

5 A 5 ml del jarabe, se añaden 500 mg de un hidrocarbonato sódico de calidad ultra pura, y 250 mg de una solución acuosa al 20% de amoníaco.

Se mezcla el conjunto y se calienta durante 2 horas en baño maría 100°C sin agitación.

10 Se enfría la solución a 20°C y se mide la densidad óptica de ésta con una longitud de onda de 420 nm, con ayuda de un espectrofotómetro, tal como el comercializado por PERKIN-ELMER con la marca Lambda 5 UV/VIS Spectrophotometer.

15 De la misma manera, se realiza una gama de patrones sustituyendo los 5 ml del jarabe por 3 ml de agua pura y 2 ml de soluciones de glucosa pura anhidra, con concentraciones de 100, 200, 300, 400, 500, 600 y 1000 partes por millón.

Estas soluciones de glucosa tienen una absorbencia respectiva de: 0,04, 0,08, 0,120, 0,160, 0,205, 0,250, 0,413.

20 Se obtiene para el jarabe obtenido según la presente invención una densidad óptica relativamente baja, de 0,04.

Esto equivale a una titulación en glucosa de 100 partes por millón en seco, que es un valor indicativo de una gran estabilidad a las sustancias alcalinas.

25 El procedimiento según la invención permite por lo tanto obtener, de manera más económica y menos contaminante que las técnicas de la técnica anterior, un compuesto de polioles no cristalizante, muy estable en medio alcalino y/o en caliente.

### Ejemplo 2

30 *Influencia de la temperatura sobre la purificación por medio de resinas de intercambio iónico*

Se toma el jarabe obtenido en el ejemplo 1 antes de purificación, y se divide en siete fracciones.

35 Estas fracciones son purificadas sobre resina catiónica fuerte, respectivamente a 20, 30, 35, 40, 45, 50, 52 y 60°C (fracciones indicadas A-H), y después sobre una resina aniónica y finalmente sobre un lecho mixto.

Se efectúa sobre cada fracción una prueba S después de purificación y se calcula para cada punto la diferencia con la prueba inicial (prueba delta S).

40 Los resultados se indican en partes por millón equivalentes de dextrosa.

Temperatura de purificación	Fracción	Proporciones de azúcares reductores después de purificación expresadas en ppm equivalentes a dextrosa	Aumento de la proporción de azúcares reductores (en ppm equivalentes de dextrosa)
20°C	A	100	0
comparativo 30°C	B	200	100
35°C	C	260	160
40°C	D	350	250
45°C	E	450	350
50°C	F	560	460
52°C	G	600	500
60°C	H	950	850

65 Estos resultados demuestran claramente la influencia de la temperatura de trabajo en la purificación sobre resina catiónica fuerte. Se demuestra de esta manera que es posible adaptar la temperatura del compuesto en su purificación,

## ES 2 204 472 T3

según las exigencias de materia de azúcares reductores que requiere la aplicación final deseada, lo que proporciona al procedimiento según la invención una flexibilidad inexistente hasta el momento.

### Ejemplo 3

5

#### *Formulación de una pasta dentífrica de bicarbonato sódico*

Se ha realizado una pasta dentífrica de bicarbonato sódico con los productos A y F del ejemplo 2 (purificados sobre resinas a 20°C y a 50°C) según la fórmula siguiente:

10

	PASTA A	PASTA B
	(% en peso)	
Jarabe A	45,00	-
Jarabe F		45,00
Bicarbonato sódico	10,00	10,00
Sílice abrasivo Tixosil 73	9,00	9,00
Sílice abrasivo Tixosil 43	10,00	10,00
Lauril sulfato sódico	5,66	5,66
(solución acuosa al 30%)		
Monofluorofosfato sódico	0,80	0,80
Carboximetilcelulosa sódica	0,70	0,70
Dióxido de titanio	0,70	0,70
Aroma de menta	1,00	1,00
Agua purificada	hasta 100,00	id
Sacarinato sódico	0,2	0,2

15

20

25

30

Las pastas dentífricas A y B obtenidas presentan, respectivamente, un pH de 8,4 y 8,7 en solución al 10%.

35

Después de almacenamiento durante 6 meses a temperatura ambiente, el color de la pasta A no ha cambiado por la pureza satisfactoria del producto A.

La pasta B presenta por el contrario un color amarillento inaceptable después del mismo tiempo de almacenamiento.

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

5 1. Procedimiento de preparación de un jarabe de polioles no cristalizables, estable frente a la acción del calor y medio alcalino, que utiliza una etapa de hidrogenación de un jarabe de azúcares y una etapa de caramelización del jarabe de azúcares hidrogenado, **caracterizado** porque el jarabe de azúcares hidrogenado y caramelizado sufre una purificación sobre resinas cambiadoras de iones, comprendiendo dicha purificación, como mínimo, el paso sobre resina catiónica fuerte a una temperatura inferior de 30°C, habiéndose escogido de dicha temperatura en función de la proporción de azúcares reductores buscada en el jarabe de polioles no cristalizables.

10 2. Procedimiento, según la reivindicación 1, **caracterizado** porque el tratamiento de caramelización es llevado a cabo en el reactor de hidrogenación, bajo atmósfera de hidrógeno y sin separación del catalizador, por introducción de sosa al final de la reacción de hidrogenación.

15 3. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 y 2, **caracterizado** porque la etapa de caramelización consiste en llevar el pH del jarabe hidrogenado a un valor comprendido entre 9 y 11, preferentemente comprendido entre 9,5 y 11, cuando este pH es susceptible de ser estable.

20 4. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque la etapa de purificación se lleva a cabo sobre resina catiónica fuerte a una temperatura inferior a 30°C, después sobre resina aniónica y finalmente sobre lecho mixto.

25 5. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque la temperatura de paso sobre la resina catiónica fuerte está comprendida entre 20 y 30°C.

30 6. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado** porque el jarabe de polioles es un jarabe de sorbitol no cristalizables.

35 7. Procedimiento, según la reivindicación 6, **caracterizado** porque el jarabe de sorbitol no cristalizables con el contenido de sorbitol mínimo de 64% en peso, el contenido de maltitol mínimo de 6% en peso, constituyendo el contenido en oligo- y polisacáridos el complemento a 100%, cuyos porcentajes están expresados con respecto a la materia seca de los polioles presentes en el compuesto.

35

40

45

50

55

60

65 **NOTA INFORMATIVA:** Conforme a la reserva del art. 167.2 del Convenio de Patentes Europeas (CPE) y a la Disposición Transitoria del RD 2424/1986, de 10 de octubre, relativo a la aplicación del Convenio de Patente Europea, las patentes europeas que designen a España y solicitadas antes del 7-10-1992, no producirán ningún efecto en España en la medida en que confieran protección a productos químicos y farmacéuticos como tales.

Esta información no prejuzga que la patente esté o no incluida en la mencionada reserva.