

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 372 625**

51 Int. Cl.:  
**C07H 3/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **07724809 .4**  
96 Fecha de presentación: **03.05.2007**  
97 Número de publicación de la solicitud: **2024378**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **18.02.2009**

54 Título: **ISOMALTULOSA CON CAPACIDAD DE FLUJO MEJORADA.**

30 Prioridad:  
**08.05.2006 DE 102006022506**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**24.01.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**24.01.2012**

73 Titular/es:  
**SÜDZUCKER AKTIENGESELLSCHAFT  
MANNHEIM/OCHSENFURT  
MAXIMILIANSTRASSE 10  
68165 MANNHEIM, DE**

72 Inventor/es:  
**KOWALCZYK, Jörg;  
BERNARD, Jörg y  
DÖRR, Tillmann**

74 Agente: **Isern Jara, Jorge**

**ES 2 372 625 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

Isomaltulosa con capacidad de flujo mejorada

Esta invención se refiere a una isomaltulosa cristalina que presenta unas propiedades de flujo mejoradas y no tiende a una solidificación con el tiempo. También se refiere a un procedimiento para la fabricación de este producto así como una aplicación o un uso nuevo de la isomaltulosa.

5

Estado de la técnica

La isomaltulosa (conocida también como Palatinosa®) es un disacárido con un acoplamiento  $\alpha$ -1,6-glucosídico de glucosa y fructosa (6-O- $\alpha$ -D-glucopiranosil-fructofuranosa). La isomaltulosa se emplea en la industria de los alimentos y en la industria farmacéutica como edulcorante, material soporte y/o material de relleno. Un campo de aplicación importante de la isomaltulosa es la sustitución de la sacarosa. La isomaltulosa se almacena como la sacarosa o bien como otros sustitutivos edulcorantes en forma cristalina como mercancía a granel y se transforma. La isomaltulosa cristalina debería presentar a ser posible una buena capacidad de almacenamiento y unas buenas propiedades de flujo como otros sustitutivos del azúcar para poder ser tratada en las instalaciones de tratamiento adaptadas y adecuadas para dichas sustancias sin tener que efectuar cambios estructurales o grandes adaptaciones de tipo técnico.

10

15

20

25

Frente a otras sustancias sustitutivas del azúcar cristalinas la isomaltulosa es poco higroscópica; según ello se espera una elevada estabilidad al almacenamiento. Sin embargo, la isomaltulosa presenta de forma inesperada el efecto negativo de la llamada "solidificación temporal". A este fenómeno se debe el "aglutinado" de los cristales de isomaltulosa formando aglomerados o grumos. Dichos grumos o aglomerados impiden la capacidad de fluidez del producto en el manejo del mismo. Por ejemplo, la isomaltulosa se almacena en los llamados "big packs" y el contenido de los sacos es transportado a través de embudos de tubo mezcladores para su transformado mecánico. Los aglomerados formados dificultan el vaciado de los sacos e impiden que la mercancía a granel fluya por el embudo. En general se necesitan etapas de transformado mecánicas adicionales para conducir la isomaltulosa almacenada y aglomerada al tratamiento mecánico.

30

Alternativamente la isomaltulosa se almacena en silos de mercancía a granel. Allí también se produce la solidificación temporal. Un almacenamiento de isomaltulosa en un silo es claramente difícil y en determinados tipos de silos no es conveniente. Se deberán tomar medidas o precauciones adicionales en el almacenamiento en silos como circulaciones periódicas.

35

40

Las pruebas o investigaciones sistemáticas demuestran que se producen solidificaciones temporales masivas incluso después de tiempos cortos de almacenamiento de unas 48 horas. Además se demuestra que la prolongación del tiempo de almacenamiento durante varios días (por ejemplo 240 horas) incrementa solo mínimamente el volumen inicial de solidificación temporal. En comparación con otra mercancía a granel, que tiende asimismo a la solidificación temporal de forma conocida, en el caso de la isomaltulosa la solidificación temporal aparece muy rápidamente. La solidificación temporal de la isomaltulosa es además independiente básicamente del contenido habitual de humedad de la isomaltulosa almacenada y de las condiciones habituales de almacenamiento. El contenido en humedad y las condiciones de almacenamiento no tienen ninguna influencia en la solidificación temporal y en la capacidad de flujo de la isomaltulosa. Se desconocen unas condiciones de almacenamiento posibles en las que se reduzca de un modo satisfactorio la solidificación temporal no deseada.

45

Existe la necesidad de conseguir isomaltulosa cristalina como mercancía a granel en forma fluida sin que en el almacenamiento se produzca una solidificación temporal incómoda.

50

Para conseguir la capacidad de flujo de la mercancía a granel para el almacenamiento y el transformado en el sector de los alimentos y en el sector farmacéutico, se añaden en general los llamados "agentes antiapelmazantes". Agentes antiapelmazantes conocidos son los silicatos, silicatos de aluminio, polisiloxanos, fosfatos, bicarbonato sódico o polvo de almidón. El inconveniente de estas sustancias es que contaminan el producto de partida y/o presentan propiedades químicas que en la manipulación del producto dan lugar a algún inconveniente. Además es preciso declarar dichas sustancia en el producto alimenticio o farmacéutico acabado.

Programa

55

Según el estado de la técnica el problema técnico en el que se fundamenta la presente invención consiste en preparar una isomaltulosa cristalina capaz de fluir que conserve su capacidad de flujo sin la adición de sustancias extrañas y adicionales como los agentes antiapelmazantes durante su almacenamiento y no presente tendencia alguna a la solidificación temporal.

60

Además el problema técnico reside en conseguir un agente antiapelmazante mejorado que mejore la capacidad de flujo de la isomaltulosa cristalina y reduzca o elimine la tendencia a la solidificación temporal.

5 El problema de base técnica se resuelve conforme a la invención mediante la preparación de una isomaltulosa cristalina que contiene una parte de al menos un 1 hasta un 20% en peso como máximo (respecto al contenido en sustancia seca total del producto) de isomaltulosa en polvo fino, es decir un porcentaje de isomaltulosa fina con un tamaño de grano inferior a 100  $\mu\text{m}$ , en particular inferior a 50  $\mu\text{m}$ .

10 La invención consiste en isomaltulosa cristalina conocida que preferiblemente se obtiene por isomerización de sacarosa y cristalización para prever un porcentaje determinado de isomaltulosa en polvo fino. Por "isomaltulosa cristalina" se entiende mercancía a granel granular en polvo de isomaltulosa. La isomaltulosa cristalina convencional presenta cristales de isomaltulosa con un tamaño de grano de unos 0,2 hasta 0,6 mm. Por "isomaltulosa en polvo fino" o bien "un porcentaje fino de isomaltulosa" se entiende en el presente caso de isomaltulosa cristalina en forma de polvo, que presenta un tamaño de grano inferior a 100  $\mu\text{m}$ , en particular inferior a 50  $\mu\text{m}$ . Esto significa que la isomaltulosa en polvo fino presenta una distribución del tamaño de grano determinada. En un método de reflexión por láser (aparato: Malvern Mastersizer 2000<sup>®</sup>) en el caso de una dispersión seca en aire con 0,6 bar de presión de dispersión, la distribución del tamaño de grano medida presenta una isomaltulosa fina en polvo que se emplea conforme a la invención, preferiblemente las siguientes sumas residuales: 5% (d05)= unos 44  $\mu\text{m}$ , un 50%(d50)= unos 15  $\mu\text{m}$ , 95% (d95)= aprox. 1  $\mu\text{m}$  (datos en porcentaje respecto al porcentaje en volumen). Esto significa que solamente el 5% en volumen del volumen total de partículas es mayor que aproximadamente 44  $\mu\text{m}$ . La isomaltulosa en polvo se presenta preferiblemente en un tamaño de 44  $\mu\text{m}$  en más de un 95% en volumen; sobre todo la isomaltulosa en polvo posee un tamaño de grano siempre inferior a 100  $\mu\text{m}$ , en particular inferior a 50  $\mu\text{m}$ . Los tamaños de grano de 100  $\mu\text{m}$  o más no suelen presentarse. Su porcentaje es ínfimo, posiblemente inferior al 1% en volumen y preferiblemente inferior al 0,5% en volumen.

25 Sorprendentemente el porcentaje de isomaltulosa fina previsto en el producto según la invención actúa de manera que la isomaltulosa cristalina almacenada ya no presenta una solidificación temporal incómoda y su capacidad de flujo se mantiene constante. Sorprendentemente el efecto ventajoso es más pronunciado en el caso de una isomaltulosa con una finura de aproximadamente un 1% en peso en el producto total. Para una finura del 5% en peso, el efecto preferido es máximo. Para un porcentaje de finura superior al 20% en peso el efecto ventajoso se queda en un segundo plano, de manera que el problema técnico correspondiente no se resuelve de un modo satisfactorio. Es pues preferible un porcentaje de isomaltulosa del 1 al 10% en peso; se prefiere especialmente un contenido en isomaltulosa del 1 al 5% en peso (respecto a la sustancia seca total). Es preferible un porcentaje de isomaltulosa fina del 1 al 4% en peso. Se prefiere especialmente un porcentaje de isomaltulosa fina del 1 al 3% en peso. Se prefiere especialmente un porcentaje de isomaltulosa fina del 1 al 2% en peso. Se prefiere especialmente un porcentaje de isomaltulosa fina de aproximadamente el 1% en peso

35 En una configuración preferida la isomaltulosa cristalina conforme a la invención presenta un tamaño de cristal de 0,2 hasta unos 0,3 hasta 0,45 mm, sin el porcentaje de finura conforme a la invención. Esto equivale a la distribución de los tamaños procedente de la isomerización de la sacarosa y de la cristalización de forma conocida de la isomaltulosa cristalina conocida.

40 Una configuración preferida de la invención es una isomaltulosa cristalina que tiene un porcentaje de finura de isomaltulosa con un tamaño de grano inferior a 100  $\mu\text{m}$ , en particular menor de 50  $\mu\text{m}$ , de un 1 hasta un 5% en peso (respecto a la sustancia seca total) y un porcentaje de isomaltulosa cristalina con un tamaño de cristal de 0,3 hasta 0,45.

45 La isomaltulosa conforme a la invención es isomaltulosa pura. Se entiende que al producto de isomaltulosa conforme a la invención se pueden añadir conocidos medios auxiliares como agentes antiapelmazantes para mejorar su capacidad de manejo.

50 Otro objetivo de la invención es por tanto un método para fabricar isomaltulosa cristalina capaz de fluir y pura, que no tienda a la solidificación temporal. El método conforme a la invención se caracteriza por que preferiblemente la isomaltulosa cristalina, que se obtiene de forma convencional con un tamaño de cristal de aproximadamente 0,2 hasta 0,6 mm, en particular de 0,3 hasta 0,45 mm, se pone en contacto con un porcentaje conforme a la invención del 1 hasta el 20% en peso, preferiblemente del 1 hasta el 10% en peso, en particular del 1 hasta el 5% en peso, más preferiblemente del 1 hasta el 4% en peso, del 1 hasta el 3% en peso, del 1 hasta el 2% en peso de isomaltulosa en polvo fino (respecto a la sustancia seca total), es decir se mezcla, y se obtiene una isomaltulosa cristalina resistente al almacenamiento, capaz de fluir. Preferiblemente se mezcla de forma intensa agitando. La mezcla tiene lugar durante la producción del porcentaje de isomaltulosa cristalina o bien inmediatamente antes del llenado o del almacenamiento. En otra configuración preferida se eligen los parámetros o bien se prevén unas medidas determinadas, de manera que el porcentaje de finura previsto conforme a la invención en la isomaltulosa cristalina se forme durante la fabricación o bien se mantenga en el producto ya formado.

60 En cualquier caso se obtiene un producto de isomaltulosa pura, exento de las impurezas habituales, y que consta solo de isomaltulosa.

También es posible una mezcla estable al almacenamiento y capaz de fluir que contenga isomaltulosa, que presente un porcentaje fino de isomaltulosa conforme a la invención. Se trata pues en particular de una combinación de isomaltulosa con al menos otro hidrato de carbono, en especial, fructosa, glucosa, sacarosa, trehalulosa, isomaltosa, isomelizitosa, oligosacáridos con un grado de polimerización de 3 ó 4, preferiblemente de inulina y/o oligofructosa, o bien alcohol de hidrato de carbono, en particular manitol, sorbitol, xilitol, isomalta o mezclas de los mismos. En una variante preferida la mezcla contiene o está compuesta por isomaltulosa y fructosa, isomaltulosa y trehalulosa, isomaltulosa e isomelizitosa, isomaltulosa y oligosacáridos con un grado de polimerización de 3 ó 4 o más.

Además se ha averiguado que la isomaltulosa fina en polvo se puede utilizar también en otra mercancía a granel cristalina similar para mejorar la capacidad de flujo y para evitar la solidificación temporal. Así se demuestra que el porcentaje de isomaltulosa fina conforme a la invención mejora la capacidad de manejo o la capacidad de flujo de productos cristalinos como la sacarosa, glucosa, isomalta y otros mono-, di-, óligo-, polisacáridos y alcoholes de sacáridos y si fuera preciso elimina o reduce su tendencia a la solidificación temporal.

Otro objetivo de la invención es por tanto también el uso de isomaltulosa en polvo fino como agente antiapelmazante en mercancía a granel cristalina seleccionada del grupo compuesto por mono-, di, óligo-, polisacáridos y alcoholes de sacáridos en polvo. Conforme a la invención la parte fina de isomaltulosa se emplea para mejorar la capacidad de flujo de la mercancía a granel cristalina seleccionada del grupo compuesto por mono-, di, óligo-, polisacáridos y alcoholes de sacáridos en polvo en particular para su manipulación y almacenamiento. Se prefiere la mercancía a granel cristalina que se elige del grupo compuesto por mono-, di, óligo-, polisacáridos y alcoholes de sacáridos en polvo a la que se añade isomaltulosa fina como agente antiapelmazante en un porcentaje del 1 hasta 20% en peso, preferiblemente 1 hasta 10% en peso, en especial 1 hasta 5% en peso, en particular 1 hasta 4% en peso, 1 hasta 3% en peso, 1 hasta 2% en peso o del 1% en peso (respecto a la totalidad de sustancia seca).

La invención se aclara con ayuda de los ejemplos siguientes sin estar limitada a ellos

### Ejemplos

#### Prueba de almacenamiento de isomaltulosa

Se han examinado los lotes de isomaltulosa de la producción corriente para su empleo en la industria de la alimentación. Para ello se han dividido las muestras y se han guardado todas inicialmente durante 12 horas en un desecador a 60°C al vacío. Inmediatamente después se ha determinado el contenido en agua y la actividad del agua (valor  $a_w$ ) de las muestras. Estos valores servirán como valor de referencia (muestra cero)

Se han elegido las condiciones de almacenamiento siguientes:

Temperatura de almacenamiento: 30°C

45% de humedad relativa o 60% de humedad relativa

Periodo de almacenamiento: 3 semanas

Almacenamiento sin carga mecánica (carga sola debida al propio peso de la muestra);

Almacenamiento en caso de carga mecánica adicional;

10 kg de carga en un frasco redondo de 10 cm de diámetro;

unos 125 MPa

a) Experimento de comparación

Los resultados de la prueba de almacenamiento se representan en la tabla 1. Los resultados indican que después de 3 semanas en el almacén no se ha constatado ninguna diferencia significativa de la muestra cero con respecto al contenido en agua y a la actividad del agua. La isomaltulosa no es higroscópica. Sin embargo de un modo inesperado han aparecido grumos y solidificaciones de la isomaltulosa cristalina.

Tabla 1

Condiciones de almacenamiento (humedad relativa)	Contenido en agua (%)	Actividad del agua (valor $a_w$ )	Estado de la muestra
Muestra cero	5,32	0,41	La muestra es totalmente fluida; no hay grumos

45; sin carga	5,33	0,43	justo al cabo de pocos días empiezan a formarse grumos
45; con carga	5,39	0,41	justo al cabo de pocos días empiezan a formarse grumos; el efecto es con carga más fuerte que sin carga
60; sin carga	5,44	0,44	Formación de grumos
60; con carga	5,3,5	0,48	intensa formación de grumos; el efecto es mayor con carga que sin carga

b) Isomaltulosa con un 5% en peso de porcentaje de finura (conforme a la invención)

5 En otra preparación de prueba se ha empleado la isomaltulosa extraída de una producción corriente con un 5% en peso (respecto a la sustancia seca total) de isomaltulosa en polvo fino con tamaños de grano inferior a 100 µm y se ha efectuado una buena mezcla.

La isomaltulosa en polvo fino presenta los tamaños de grano siguientes:

10 5% en volumen (d05): 44 µm  
50% en volumen (d50): 15 µm  
95% en volumen (d95): 1 µm

15 (Método de reflexión por láser: Malvern Mastersizer 2000®; Dispersión seca en aire con 0,6 bar de presión de dispersión)

A continuación se dividen las muestras, se determinan las muestras cero y se almacenan tal como se ha descrito antes (ver a)) durante 3 semanas. Los resultados se representan en la tabla 2. Durante todo el periodo de almacenamiento de 3 semanas no se ha constatado en la mercancía a granel ningún grumo o solidificación destacada. Incluso con carga las muestras presentaban buenas propiedades de fluidez. Pequeños grupos formados de forma eventual se desintegraban sin apenas fuerza.

Tabla 2

Condiciones de almacenamiento (humedad relativa)	Contenido en agua (%)	Actividad del agua (valor $a_w$ )	Estado de la muestra
Muestra cero	5,25	0,27	La muestra es totalmente fluida; no hay grumos
45; sin carga	5,15	0,39	La muestra tiene buena fluidez; se forman pequeños grumos
45; con carga	---	---	Las muestras tienen buena fluidez; los pequeños grumos que aparecen se desintegran inmediatamente
60; sin carga	5,15	0,45	Las muestras tienen buena fluidez; no existen grumos
60; con carga	--	---	Las muestras tienen buena fluidez; pequeños grupos que se desintegran inmediatamente

25 c) Isomaltulosa con un 20% en peso de porcentaje de finura (conforme a la invención)

En otra preparación de prueba se ha empleado la isomaltulosa extraída de una producción corriente con un 20% en A continuación se dividen las muestras, se determinan las muestras cero y se almacenan tal como se ha descrito antes durante 3 semanas.

30 Los resultados se representan en la tabla 3. Incluso con la adición del 20% de isomaltulosa fina en polvo se han constatado buenas propiedades de fluidez. Los grupos formados más pequeños se desintegran sin fuerza alguna. La capacidad antiapelmazante es inferior a la correspondiente a la adición de un 5% en peso de isomaltulosa en polvo fino (ver b)).

35

Tabla 3

Condiciones de almacenamiento (humedad relativa)	Contenido en agua (%)	Actividad del agua (valor $a_w$ )	Estado de la muestra
Muestra cero	5,16	0,19	La muestra es totalmente fluida; no hay grumos
45; sin carga	5,19	0,39	La muestra tiene buena fluidez; se forman pequeños grumos
45; con carga	---	---	Las muestras tienen buena fluidez; los pequeños grumos que aparecen se desintegran inmediatamente
60; sin carga	5,19	0,46	Las muestras tienen buena fluidez; no existen grumos; impresión húmeda
60; con carga	--	---	Las muestras tienen buena fluidez; pequeños grupos que se desintegran inmediatamente; impresión húmeda

**REIVINDICACIONES**

- 5
1. Isomaltulosa cristalina que contiene entre el 1 y el 20% en peso (respecto a la sustancia seca total) de isomaltulosa fina en polvo con un tamaño de grano inferior a 100  $\mu\text{m}$ .
2. Isomaltulosa cristalina conforme a la reivindicación 1, que contiene entre el 1 y el 10% en peso (respecto a la sustancia seca total) de isomaltulosa fina en polvo.
- 10
3. Isomaltulosa cristalina conforme a la reivindicación 1 ó 2, que contiene entre el 1 y el 5% en peso (respecto a la sustancia seca total) de isomaltulosa fina en polvo.
4. Isomaltulosa cristalina conforme a una de las reivindicaciones anteriores, donde la parte cristalina que no pertenece al porcentaje fino presenta un tamaño de cristal de 0,2 hasta 0,6 mm.
- 15
5. Isomaltulosa cristalina conforme a una de las reivindicaciones anteriores, donde la parte cristalina que no pertenece al porcentaje fino presenta un tamaño de cristal de 0,3 hasta 0,45 mm.
6. Isomaltulosa, compuesta por:
- 20
- 1 hasta 5% en peso (respecto al peso de sustancia seca total) de parte fina con un tamaño de grano inferior a 100  $\mu\text{m}$   
99 hasta 95% en peso (respecto al peso de sustancia seca total) de parte cristalina con un tamaño de cristal de 0,3 hasta 0,45 mm
- 25
7. Método para la fabricación de isomaltulosa cristalina capaz de fluir, donde la isomaltulosa cristalina con un tamaño de cristal de 0,2 a 0,6 mm se mezcla con isomaltulosa fina en polvo en un porcentaje del 1 al 20% en peso (respecto a la sustancia seca total) con un tamaño de grano inferior a 100  $\mu\text{m}$ .
- 30
8. Uso de isomaltulosa fina en polvo con un tamaño de grano inferior a 100  $\mu\text{m}$  para la mejora y(o) la obtención de la capacidad de flujo de mercancía a granel cristalina seleccionada del grupo compuesto por mono-, di-, óligo-, polisacáridos y alcoholes de sacáridos en forma de polvo.
- 35
9. Uso conforme a la reivindicación 8, donde la isomaltulosa en polvo fino se añade a la mercancía a granel cristalina en un porcentaje del 1 hasta el 20% en peso (respecto a la sustancia seca total).