

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 380 914**

51 Int. Cl.:
A23G 3/00 (2006.01)
A23L 1/236 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **00100696 .4**
- 96 Fecha de presentación: **24.08.1996**
- 97 Número de publicación de la solicitud: **1013175**
- 97 Fecha de publicación de la solicitud: **28.06.2000**

54 Título: **Productos en grageas sin azúcar**

30 Prioridad:
02.09.1995 DE 19532396

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
21.05.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
21.05.2012

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

72 Inventor/es:
**Rapp, Knut, M. y
Willibald-Ettle, Ingrid**

74 Agente/Representante:
Isern Jara, Jorge

ES 2 380 914 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

Productos en grageas sin azúcar

5 La presente invención hace referencia a productos sin azúcar mejorados y a su fabricación.

10 Los productos en grageas poseen una cubierta o revestimiento elaborado a partir de azúcar, alcoholes de azúcar, tipos de chocolate y/o otros glaseados y un núcleo líquido, blando o sólido. Como núcleos se emplean por ejemplo gomas de mascar, frutos, comprimidos u otros productos farmacéuticos. Por ejemplo, en la patente US-4,792,453 se describe una goma de mascar recubierta sin azúcar, cuya cubierta contiene isomaltulosa hidratada. Esta goma de mascar se obtiene fabricando las grageas con un jarabe, que contiene isomaltulosa hidratada. En este jarabe existe por tanto la 1-O- α -D-glucopiranosil-D-manita (1,1-GPM) y la 6-O- α -D-glucopiranosil-D-sorbita (1,6-GPS), disueltas en cantidades aprox. equimolares.

15 Se conoce también una serie de procedimiento de fabricación de productos en forma de grageas. Cabe distinguir fundamentalmente entre grageado blanda, grageado duro y grageado en suspensión. Se entiende por grageado blando la aplicación de sacáridos disueltos en agua sobre los núcleos que se hallan en movimiento, para ello después de cada aplicación se efectúa un empolvado con polvo de sacárido, con el fin de fijar la humedad. Con este tipo de grageado se obtiene una cubierta de gragea blanda (EP-625 311 A1). Aparte de la complejidad de ejecución de este procedimiento, otro inconveniente estriba en el hecho de que la dosificación del jarabe empleado para el grageado, es decir, del sacárido disuelto, y la dosificación del polvo tienen que armonizarse (ajustarse) entre sí.

25 De modo similar al grageado blando, se entiende por grageado duro la aplicación de sacáridos disueltos en agua sobre núcleos que se hallan en movimiento, pero en este caso no se aplica ningún sacárido en polvo, sino que se secan inmediatamente los ingredientes no acuosos. En el grageado blando se realiza un gran número de aplicaciones individuales (de 50 a 120), entre las cuales se efectúan secados con aire caliente o frío, de modo que puedan obtenerse cubiertas de grageas de diferentes grosores (espesores). Son también conocidos los procedimientos de grageado duro con dos soluciones de sacáridos distintos, que se aplican de modo sucesivo ("dual composition coating"). En los últimos años se han descrito procedimientos, en los que se aplican en primer lugar las capas que contienen maltita y después se aplica la xilita para aportar la estructura restante de la gragea (US 5,376,389). Sin embargo, estos procedimientos emplean dos sacáridos distintos para preparar las soluciones que se van a aplicar y, por consiguiente, son complicados. Por otro lado, las capas de xilita de la gragea se sueltan fácilmente de los núcleos recubiertos durante el proceso de grageado, sobre todo en los ángulos y en los cantos (bordes).

35 Tanto en el procedimiento de grageado duro como en el blando, por ejemplo cuando para gragear se emplea la isomaltulosa hidratada, surge el problema de la tendencia a la pegajosidad durante la aplicación de las soluciones acuosas. Esta tendencia a la pegajosidad provoca la aglutinación del producto grageado o bien el pegado a las paredes del reactor o recipiente de fabricación de las grageas.

40 La tercera posibilidad de grageado consiste en emplear una suspensión. La mezcla en suspensión aplicada hasta ahora, principalmente solamente para productos que contienen azúcar, está formada por una fase líquida (que contiene por ejemplo azúcar, almidón de arroz y glucosa disueltos en agua) y una fase sólida, que consta de componentes azúcar cristalinos finos. La característica de este tipo de grageado en suspensión es la utilización separada de sacáridos distintos.

45 Debido a la composición de sus núcleos y de sus cubiertas, los productos grageados obtenidos con los procedimientos descritos tienden a perder su carácter crujiente durante el almacenaje. La causa estriba probablemente en la difusión de la humedad del núcleo hacia la cubierta. Este proceso se traduce también en el desecado no deseado de los núcleos de las grageas. Y viceversa, los productos conocidos situados en una atmósfera húmeda experimentan una absorción de agua no deseada, cuyo resultado es que los productos se vuelven pegajosos, blandos y, por tanto, poco apetitosos.

50 La invención proporciona un procedimiento para la fabricación de mezclas basadas en la 1,6-GPS y la 1,1-GPM, enriquecidas en la 1,6-GPS, que tienen una proporción comprendida entre más del 57% en peso : menos del 43 % en peso y el 99% en peso : el 1% en peso (porcentajes referidos a la sustancia seca de la mezcla empleada para la fabricación, basada en la 1,6-GPS y la 1,1-GPM, siendo el contenido de la 1,6-GPS + la 1,1-GPM igual al 100 %) así como mezclas de la 1,6-GPS y la 1,1-GPM enriquecidas en la 1,1-GPM, que tienen una proporción del 1% en peso : al 99% en peso hasta menos del 43% : más del 57% en peso (porcentajes referidos a la sustancia seca de la mezcla empleada para la fabricación, basada en la 1,6-GPS y la 1,1-GPM, siendo el contenido de la 1,6-GPS + la 1,1-GPM igual al 100 %). Según la composición de la sustancia de partida empleada para su preparación, las mezclas pueden contener también pequeñas cantidades de sorbita, manita, etc. Las mezclas fabricadas según la invención pueden emplearse de modo especialmente ventajoso en solución o en suspensión para el grageado de productos de los sectores edulcorante o farmacéutico. Las mezclas pueden ser un aditivo, un ingrediente esencial o fundamentalmente el ingrediente único de los más diversos productos de la industria alimentaria o farmacéutica. Es especialmente ventajoso que las mezclas enriquecidas en la 1,6-GPS y la 1,1-GPM según la invención se fabriquen a partir de una

sola sustancia base, a saber, la isomaltulosa hidratada. A partir de esta sustancia base, que es un producto comercial, se pueden fabricar por tanto dos mezclas de la invención, que tienen propiedades diferentes. La mezcla enriquecida en 1,6-GPS se caracteriza por una solubilidad elevada y un mayor poder edulcorante que la isomaltulosa hidratada y que la mezcla enriquecida en 1,1-GPM. El mayor poder edulcorante se basa por un lado en que la 1,6-GPS se disuelve más rápidamente y por tanto tiene una rápida sensación de dulzor y por otro lado el poder edulcorante propio del compuesto 1,6-GPS es objetivamente mayor. La mezcla enriquecida en 1,1-GPM presenta una solubilidad menor que la isomaltulosa hidratada. La utilización específica de estas dos mezclas en los productos del sector de la alimentación, de los edulcorantes o bien de los medicamentos permite conferir a los productos una mayor estabilidad y un mayor poder edulcorante y al mismo tiempo permite simplificar su fabricación.

La invención se refiere en especial a productos grageados, formados por un núcleo y una cubierta, dicha cubierta contiene por lo menos una capa formada por una mezcla de la 1,6-GPS y la 1,1-GPM, enriquecidas en la 1,6-GPS, que tiene una proporción comprendida entre más del 57% en peso : menos del 43 % en peso y el 99% en peso : el 1% en peso (porcentajes referidos a la sustancia seca de la mezcla empleada para la fabricación, basada en la 1,6-GPS y la 1,1-GPM, siendo el contenido de la 1,6-GPS + la 1,1-GPM igual al 100 %). Esta o estas capas contienen ya sea exclusivamente la mezcla, que eventualmente lleva las impurezas asociadas con la sustancia de partida, por ejemplo la sorbita o la manita, ya sea composiciones que contienen esta mezcla. Los productos grageados de la invención contienen ya sea un núcleo de composición conocida, ya sea un núcleo que contiene una o las dos mezclas enriquecidas en la 1,6-GPS o en la 1,1-GPM, así como una cubierta formada por lo menos por una capa de la mezcla enriquecida en la 1,6-GPS.

También en el sector farmacéutico, la solubilidad de los productos o, en el caso de productos grageados, la solubilidad de sus cubiertas tiene en muchos casos una importancia notable. La solubilidad de los productos o de sus cubiertas influye directamente en la liberación del principio activo y por tanto en el lugar de actuación y en el tiempo de actuación de los productos farmacéuticos aplicados. En los casos, en los que se desea una liberación más rápida de los fármacos, se emplean según la invención de modo exclusivo o predominante las mezclas enriquecidas en la 1,6-GPS, que tienen una solubilidad mayor, en forma de cubierta o bien para la fabricación del vehículo del fármaco.

La invención se refiere también a un procedimiento de fabricación de un producto grageado, caracterizado porque se aplica por lo menos una vez una solución o una suspensión de la mezcla enriquecida en la 1,6-GPS sobre el núcleo y, después de la aplicación de cada capa, se evapora el disolvente. El procedimiento de la invención prevé que se aplique por lo menos una vez sobre el núcleo ya sea una solución, ya sea, con preferencia especial, una suspensión de la mezcla. Es especialmente preferida la aplicación repetida varias veces, de modo que la cubierta esté formada por varias capas. Es especialmente preferido un procedimiento, en el que las capas de las mezclas fabricadas según la invención se apliquen sucesivamente sobre el núcleo. En una forma de ejecución de la invención está previsto que en cada caso se realicen de 25 a 45 aplicaciones de la solución o de la suspensión de la mezcla enriquecida con la 1,1-GPM y la 1,6-GPS. Según la propiedad deseada del producto grageado pueden aplicarse por ejemplo en primer lugar las capas que contienen la mezcla enriquecida en la 1,1-GPM, que después se recubren con las capas enriquecidas en la 1,6-GPS. Pero la invención abarca también la aplicación en primer lugar de las capas enriquecidas en la 1,6-GPS y posteriormente la aplicación de las capas enriquecidas en la 1,1-GPM. Después de la aplicación de cada capa se evapora el disolvente, con preferencia en una corriente de gas, que tiene un punto de rocío de -15°C a +10°C, con preferencia especial de 0°C. La aplicación de la suspensión o de la solución se realiza manteniendo constante la temperatura y evitando las pérdidas de agua. Esto puede realizarse de modo totalmente automático por ejemplo en una máquina DRIACOATER 1200 de la empresa Driam, Eriskirch, en la que la suspensión se pulveriza a través de boquillas de chorro plano, de diámetro de 1,5 a 2,0 mm.

En una forma preferida de ejecución de la invención, la mezcla empleada según la invención, en especial la cubierta de los productos grageados que contiene esta mezcla, contiene además goma arábiga en una cantidad situada entre el 0,5 % en peso y el 10 % en peso, porcentajes referidos a la sustancia seca de la cubierta. La cubierta contiene según la invención del 10 al 90 % en peso, en especial del 25 al 35 % en peso de la sustancia seca del producto grageado. La mezcla empleada según la invención y en especial la cubierta que de los productos grageados con ella contienen colorantes, en especial dióxido de titanio.

En otra forma de ejecución de la invención, la mezcla y por tanto también la cubierta contiene además uno o varios sucedáneos de azúcar, en especial xilita, manita, sorbita, maltita, lactita o eritrita. Se ha previsto también según a la invención que la mezcla o la cubierta pueda contener además cargas de relleno, en particular povidona, carbonato cálcico o inulina.

La presente invención abarca también la mezcla y las cubiertas, que la contienen, que incluyen sustancias tensioactivas, como los polisorbatos (ésteres de sorbitano etoxilados), en especial en una cantidad del 0,05 % en peso al 0,5 % en peso y/o agentes filmógenos, como la gelatina-metilcelulosa, la hidroxipropilcelulosa, etilcelulosa, hidroxietilcelulosa, carboximetilcelulosa y mezclas de las mismas. Adicionalmente pueden estar presentes aglutinantes como los alginatos, gomas vegetales o bien plastificantes.

En otra forma de ejecución, la invención se refiere a la mezcla fabricada según la invención y a las cubiertas de productos grageados que contienen dicha mezcla, que incluyen edulcorantes intensos, en particular el ciclamato, sacarina, aspartamo, glicirricina, dihidrochalcona, taumatina, monellina, acesulfamo, alitamo o bien sucralosa. La invención se refiere en especial a un producto grageado, cuyo núcleo es una almohadilla de goma de mascar, una bola de goma de mascar, un fruto, una nuez, una lenteja de chocolate, un caramelo duro, un caramelo blando, una jalea, un producto de tipo "Nonpareilles", "Liebesperle", un producto farmacéutico o una pieza de cualquier producto alimentario.

El núcleo puede ser de índole ya conocida o contener una mezcla de la 1,6-GPS y la 1,1-GPM enriquecida en la 1,6-GPS o en la 1,1-GPM. Como es obvio puede preverse según la invención que este núcleo contenga también los colorantes, aglutinantes, sucedáneos de azúcar, edulcorantes intensos, sustancias tensioactivos o cargas de relleno previstos para la cubierta. La invención abarca también un producto en grageas que tenga un núcleo en forma de comprimido. El comprimido puede contener una mezcla enriquecida en la 1,6-GPS o en la 1,1-GPM o bien un comprimido de ambas mezclas. La elección y la cantidad de la mezcla fabricada según la invención que emplea este comprimido influyen en su solubilidad y, por tanto, opcionalmente también en la solubilidad de los fármacos que contienen este comprimido.

La invención proporciona también un procedimiento para la fabricación de una mezcla que contiene en la 1,6-GPS y la 1,1-GPM y está enriquecida en la 1,6-GPS o en la 1,1-GPM partiendo de una sola materia prima, a saber, la isomaltulosa hidratada, que se caracteriza porque se disuelve la isomaltulosa hidratada en agua, se le añade la isomaltulosa hidratada cristalina en una cantidad tal que se rebase su solubilidad, se filtra la suspensión resultante y se separa el líquido filtrado enriquecido en la 1,6-GPS de la torta del filtro enriquecida en la 1,1-GPM (véanse las figuras 7 y 8).

Este procedimiento se caracteriza también porque para la fabricación de las mezclas de la invención solamente se emplea una materia prima, a saber, la isomaltulosa hidratada. La empresa Palatinit GmbH, Mannheim, suministra la isomaltulosa hidratada con el nombre comercial de Palatinit^R o ISOMALT^R. Contiene más del 98% de 1,6-GPS y de 1,1-GPM, siendo posible la presencia de las impurezas sorbita o de manita. En el contexto de la presente invención, las cantidades enriquecidas de la 1,6-GPS y de la 1,1-GPM se refieren siempre a la cantidad empleada de la 1,6-GPS y 1,1-GPM que se iguala al 100%. Según la invención se prepara en especial a una temperatura entre 20° y 95°C una solución saturada por ejemplo de la ISOMALT^R del tipo M. En función de la temperatura empleada se añade a esta solución la isomaltulosa hidratada pulverulenta sólida, por ejemplo la ISOMALT^R del tipo PF (polvo), a saber, en una cantidad tal que se supere en un valor del 1% al 40% la solubilidad descrita en la figura 6. La isomaltulosa hidratada cristalina añadida a la solución acuosa de la isomaltulosa hidratada se somete, pues, a unas condiciones, en las que ya no es posible la disolución completa de la isomaltulosa hidratada. Por tanto se forma una suspensión. El contenido total de sólidos de esta suspensión puede situarse aprox. entre el 50% en peso y el 90% en peso, con lo cual los sólidos se halla en parte disueltos y en parte sin disolver. Para la preparación de la suspensión es ventajoso agitar bien. La instauración del equilibrio entre la composición de la fase líquida y de la fase sólida dependerá del contenido de sólidos totales y de la temperatura y se ha completado al cabo de aprox. 10-60 min. Una vez alcanzado este equilibrio existe una fase acuosa que contiene la 1,6-GPS y la 1,1-GPM en una proporción distinta a la existente en la isomaltulosa hidratada. La fase sólida en suspensión contiene también la 1,6-GPS y la 1,1-GPM en una proporción distinta a la existente en la isomaltulosa hidratada. Además, la 1,1-GPM existe en la fase sólida en forma dihidratada, a diferencia de la 1,1-GPM que existe en la fase líquida. La composición de la fase líquida y de la fase sólida, es decir, las proporciones ponderales entre la 1,6-GPS y la 1,1-GPM pueden ajustarse según la invención dentro de amplios márgenes, a saber, ajustando la temperatura de la suspensión y la fracción relativa de sólidos sin disolver. En las figuras de 1 a 5 se ilustra que ajustando la temperatura de la suspensión y la fracción relativa de sólidos sin disolver se puede regular específicamente la composición de las fases obtenidas y, por tanto, de las mezclas de la invención. La proporción total (disuelta y sólida) entre la 1,6-GPS contenida en las fases y la 1,1-GPM equivale naturalmente a la isomaltulosa hidratada empleada. Una pequeña fracción de sólido sin disolver en la suspensión se traduce en un gran enriquecimiento en la 1,1-GPM dihidratada en la fase sólida, una porción elevada de sólidos sin disolver pero una composición similar a la de la isomaltulosa hidratada, pero la 1,1-GPM dihidratada ha aumentado su presencia (se ha enriquecido) en la fase sólida. Por tanto, la fase sólida siempre está enriquecida en la 1,1-GPM y la proporción entre la 1,6-GPS y la 1,1-GPM puede variar entre el 1% en peso : el 99% en peso hasta menos del 43% en peso : más del 57% en peso.

La fase líquida está siempre enriquecida en la 1,6-GPS y la proporción entre la 1,6-GPS y la 1,1-GPM puede variar entre más del 57% en peso : menos del 43% en peso hasta el 99% en peso : el 1% en peso. Después de alcanzarse del modo deseado el equilibrio por ajuste de la temperatura y de la porción relativa de sólidos sin disolver, entonces se procede a separar las dos fases según la invención.

La separación de las dos fases prevista según la invención se realiza por filtración. Se obtiene una fase sólida enriquecida en la 1,1-GPM y una fase líquida enriquecida en la 1,6-GPS, que en cada caso contienen la 1,6-GPS y la 1,1-GPM en diferentes proporciones ponderales. La fase líquida puede convertirse por concentración por evaporación en una fase sólida. El procedimiento de la invención permite, pues, preparar mezclas enriquecidas en la 1,6-GPS, que están formadas por la 1,6-GPS y la 1,1-GPM en una proporción comprendida entre más del 57% en peso

: menos del 43 % en peso hasta el 99 % en peso : el 1 % en peso. La invención proporciona además mezclas enriquecidas en la 1,1-GPM que están formadas por la 1,6-GPS y la 1,1-GPM en una proporción comprendida entre el 1 % en peso : el 99 % en peso y menos del 43 % en peso : más del 57 % en peso. Para la fabricación de grageas pueden emplearse estas mezclas por ejemplo en forma de solución. En lugar de una solución se puede emplear también una suspensión. La utilización de una suspensión de mezclas enriquecidas en la 1,6-GPS o en la 1,1-GPM para la fabricación de grageas de productos tiene la ventaja de que la tendencia a la pegajosidad es mucho menor en el momento del grageado. Además es posible conseguir contenidos elevados de sustancia seca con períodos de secado relativamente cortos, porque los sólidos sin disolver se aplican junto con los ingredientes disueltos sobre el material a gragear. Esta tendencia reducida a la pegajosidad es ventajosa y se debe a la presencia de grandes porciones de gérmenes de cristalización, formados por la 1,1-GPM dihidratada y la 1,6-GPS.

La utilización específica de las diversas composiciones y de las propiedades diferentes que de ellas se derivan para las mezclas fabricadas según la invención permite no solo fabricar productos o comprimidos glaseados mejorados, sino también fabricar productos mejorados en todos los sectores en los que se emplean azúcares o sucedáneos de azúcar. Se puede emplear por ejemplo una mezcla enriquecida en la 1,6-GPS como relleno blando de caramelos blandos. La mezcla enriquecida en la 1,6-GPS puede además sustituir en dichos productos a los sucedáneos de azúcar de buena solubilidad empleados hasta ahora, por ejemplo la maltita. Los caramelos duros pueden fabricarse empleando mezclas enriquecidas en la 1,1-GPM. Los productos que contienen las mezclas fabricadas según la invención y en especial los productos glaseados o grageados pueden formularse con la elección adecuada de la composición de las mezclas empleadas y del orden de las capas aplicadas sucesivamente, de modo que la composición del total de la 1,6-GPS y de la 1,1-GPM contenidas en el producto equivalga a la composición de la isomaltulosa hidratada comercial (ISOMALT^R, Palatinit^R).

En las figuras se representa:

En la figura 1 se representa la composición de las fases enriquecidas en la 1,6-GPS y la 1,1-GPM, obtenidas a partir de una suspensión calentada a 70°C con un porcentaje de sustancia seca del 75 % en peso.

En la figura 2 se representa la composición de las fases enriquecidas en la 1,6-GPS y la 1,1-GPM, obtenidas a partir de una suspensión calentada a 70°C con un porcentaje de sustancia seca de 80 % en peso.

En la figura 3 se representa la composición de las fases enriquecidas en la 1,6-GPS y 1,1-GPM, obtenidas a partir de una suspensión calentada a 60°C con un porcentaje de sustancia seca de 75 % en peso.

En la figura 4 se representa la composición de las fases enriquecidas en la 1,6-GPS y 1,1-GPM, obtenidas a partir de una suspensión calentada a 60°C con un porcentaje de sustancia seca de 65 % en peso.

En la figura 5 se representa la composición de las fases enriquecidas en la 1,6-GPS y 1,1-GPM, obtenidas a partir de una suspensión calentada a 50°C con un porcentaje de sustancia seca de 70 % en peso.

En la figura 6 se representa la solubilidad de la isomaltulosa hidratada (ISOMALT^R) en agua.

En la figura 7 se representa la relación entre el contenido de sustancia seca (valor Bx) con una solución saturada de isomaltulosa hidratada (= ISOMALT^R) y la concentración inicial de isomaltulosa hidratada en agua a diversas temperaturas.

En la figura 8 se representa la relación entre la proporción entre la 1,6-GPS y la 1,1-GPM en una solución saturada de isomaltulosa hidratada y la concentración inicial de isomaltulosa hidratada en agua a diversas temperaturas.

Ejemplo 1

Fabricación de mezclas de las 1,1-GPM/1,6-GPS enriquecidas en la 1,1-GPM y la 1,6-GPS a 70°C (añadiendo goma arábiga).

Se disuelven a 80°C 1920 g de ISOMALT^R del tipo M (isomaltulosa hidratada) y 67,5 g de goma arábiga (que se disuelve rápidamente) en 670,8 g de agua y seguidamente se enfrían a 70°C. Se les añaden con agitación 341,7 g de ISOMALT^R PF (polvo). Se ha tenido en cuenta que la ISOMALT^R tiene un contenido en agua del 3,5 % en peso.

En el presente ejemplo se ha realizado la separación de la fase sólida de la líquida mediante filtración al cabo de 20, 60, 120 y 180 min en un dispositivo de filtración al vacío mantenido a una temperatura constante de 70°C. Las composiciones de las fases obtenidas se representan en la siguiente tabla I.

Tabla I

muestra	1	2	3	4
líquido filtrado en g	85,85	100,89	130,83	100,9
torta del filtro (húmeda)	37,76	51,55	54,76	32,34
torta del filtro (seca)	34,30	48,56	52,10	29,53
líquido filtrado (1,6-GPS:1,1-GPM) en %	75,1:24,9	76,7:23,3	77:23	74,5:25,5
sólido (1,1-GPM:1,6-GPS) en %	61:39	66,5:33,5	67,6:32,4	67,2:32,8

Los resultados se representan en la figura 1 en forma gráfica.

5 Al cabo de 60 min, la fase líquida se enriquece en la 1,6-GPS hasta aprox. el 75 %, mientras que la fase sólida se enriquece en la 1,1-GPM (calculando sin agua de cristalización) hasta más del 65 %.

10 La fase líquida puede transformarse por concentración o reducción de la temperatura en una suspensión o en una fase sólida.

15 Por una repetición reiterada de este proceso de separación - suspensión de las fases resultantes correspondientes se obtiene la 1,6-GPS o bien la 1,1-GPM en una forma pura. Eligiendo las temperaturas y concentraciones apropiadas de la isomaltulosa hidratada así como la repetición múltiple del proceso de separación es posible obtener según la invención mezclas enriquecidas en la 1,1-GPM/1,6-GPS de la composición deseada.

Ejemplo 2

20 Fabricación de mezclas de 1,1-GPM/1,6-GPS enriquecidas en la 1,1-GPM o en la 1,6-GPS a 35°C.

Se añaden 5 kg de Isomalt^R a 5 kg de agua (totalmente desalinizada). Se agita la suspensión a 35°C durante 1-20 horas según el tamaño de grano.

25 Seguidamente se separa a 35°C esta suspensión en una fase líquida y una fase sólida en un dispositivo de filtración a presión calentado.

Se concentra la solución transparente en un vaporizador rotatorio y se seca, eventualmente después se muele.

30 Se obtienen 1,95 kg de un sólido blanco (contenido en agua antes del secado 24,8 %, proporción entre 1,1-GPM y la 1,6-GPS = 84%:16%) y 7,86 kg de solución transparente (42,3° Brix, proporción entre 1,1-GPM y la 1,6-GPS = 33,5%:66,5%).

La separación de ambas fases puede realizarse también por filtración con succión.

35 Los ejemplos de fabricación 1 y 2 y las figuras de 1 a 5 ilustran que mediante el empleo específico de los parámetros de reacción, temperatura y concentración de sustancia sólida, pueden obtenerse mezclas de la composición deseada.

Las figuras 7 y 8 ilustran esta ventaja de la invención.

40 De estas figuras se puede deducir en qué proporción se mezcla la isomaltulosa hidratada (ISOMALT^R) con agua y a qué temperatura debe mantenerse esta suspensión para conseguir, por ejemplo, una fase líquida con una proporción determinada de 1,6-GPS:1,1-GPM.

45 Si se mezcla, por ejemplo, la ISOMALT^R con agua en una proporción 2:1, entonces se obtiene a una temperatura de 45°C una solución de aprox. 57° Brix con una proporción entre la 1,6-GPS y la 1,1-GPM de 77%:23%, que equivale a 3,3:1.

50 Pero, la misma mezcla a 55°C conduce a una solución de 59° Brix con una proporción entre la 1,6-GPS y la 1,1-GPM de 67%:33%, es decir de 2:1.

Ejemplo comparativo 3

Fabricación de productos grageados por el procedimiento de grageado duro

55 Formulación:

mezcla enriquecida en la 1,1-GPM (85% de GPM, 15% de GPS) 30 kg

ES 2 380 914 T3

goma arábica	1,25 kg
dióxido de titanio	0,5 kg
agua	18,3 kg

5 Preparación de la solución de grageado y procedimiento de grageado

Se disuelven en agua a 85°C la mezcla enriquecida en la 1,1-GPM y la goma arábica, se enfrían a 70°C y a continuación se suspende en esta solución el dióxido de titanio.

10 Se mantiene esta mezcla en agitación a 70°C y por un procedimiento de grageado duro se aplica la almohadilla de goma de mascar (aprox. 50 - 80 aplicaciones individuales).

15 Las capas de goma de mascar (60 kg) se mueven en una máquina Diacoater 1200 (empresa Driam, Eriskirch) y después de cada aplicación se secan a contracorriente (temperatura: 25°C, punto de rocío: 0°C) durante 2 - 5 minutos.

20 La ventaja de la materia prima sin azúcar empleada (una mezcla enriquecida en la 1,1-GPM) consiste en especial en que debido a la escasa solubilidad de la 1,1-GPM dihidratada formada sobre los núcleos se genera una capa barrera alrededor del núcleo, que impide la difusión del agua y de otros componentes volátiles (aromas) desde el núcleo hacia fuera. De este modo se evita la desecación, fenómeno que se observa a menudo en otras grageas. Se conserva también durante más tiempo el carácter crujiente detectable sensorialmente.

Ejemplo 4

25 Fabricación de productos grageados por el procedimiento de la "dual-composition"

Formulación I:

30 mezcla enriquecida en la 1,1-GPM (85% de 1,1-GPM, 15% de 1,6-GPS)	15 kg
goma arábica	0,6 kg
dióxido de titanio	0,25 kg
agua	9,5 kg

35 Formulación II:

mezcla enriquecida en la 1,6-GPS (77% de 1,6-GPS, 23% de 1,1-GPM)	16,9 kg
goma arábica	0,6 kg
dióxido de titanio	0,25 kg
40 agua	7,25 kg

Procedimiento

45 Se prepara la formulación I del modo descrito en el ejemplo comparativo 3 y se pulveriza sobre las capas de goma arábica; la mitad de la cubierta de la gragea (las capas se depositan directamente sobre el núcleo) se deposita en 45 aplicaciones individuales.

50 La formulación II se prepara igual que la formulación I, pero la temperatura de mezclado se sitúa ahora en 60°C. En 35 aplicaciones individuales se deposita esta suspensión sobre las capas de goma arábica que ya se empezaron a gragear con la formulación I, hasta alcanzar el peso final deseado de la gragea.

Los parámetros de ensayo son los mismos del ejemplo comparativo 3.

55 La 1,1-GPM dihidratada difícilmente soluble de la formulación I (véase también el ejemplo comparativo 3) genera una capa barrera contra la humedad, impidiendo que salga del núcleo. La capa exterior, enriquecida en la 1,6-GPS, influye positivamente en la sensación de dulzor, tal como se desprende de los estudios sensoriales (determinación del valor umbral, pruebas de diferenciación por parejas).

Ejemplo 5

60 Fabricación de productos grageados por procedimiento en suspensión

Formulación

65 mezcla enriquecida en la 1,6-GPS (73% de 1,6-GPS, 27% de 1,1-GPM)	43,6 kg
agua	29 kg

ES 2 380 914 T3

	Acesulfam K	0,05 kg
	aspartamo	0,05 kg
	dióxido de titanio	1,0 kg
	goma arábica	2,05 kg
5	mezcla enriquecida en la 1,6-GPS (en polvo; 77% de 1,6-GPS, 23% de 1,1-GPM)	24,25 kg

Preparación de la suspensión

10 Se disuelve en agua con agitación la mezcla enriquecida en la 1,6-GPS (43,6 kg) y la goma arábica y se calienta la solución a 75°C hasta que se forma una solución sin cristales; se enfría esta solución aprox. a 60°C, se le añaden el aspartamo, el Acesulfam K, el dióxido de titanio y la mezcla enriquecida en la 1,6-GPS (polvo) hasta que se forma una masa homogénea. La temperatura de la suspensión se regula a 55°C y se mantiene durante el proceso.

15 Se realiza el grageado por un proceso similar al descrito en el ejemplo comparativo 3. Se logra una deposición elevada de sustancia seca por unidad de tiempo. Entre otras cosas, gracias a la gran solubilidad de la 1,6-GPS se percibe durante la ingestión una sensación más rápida de dulzor.

Ejemplo 6

20 Análisis sensorial del poder edulcorante de las mezclas de las 1,1-GPM/1,6-GPS enriquecidas en la 1,1-GPM o bien en la 1,6-GPS.

25 Para el análisis del poder edulcorante se ha empleado como mezcla enriquecida en la 1,1-GPM una mezcla con una proporción de 1,1-GPM/1,6-GPS de 6,79:1. Como mezcla enriquecida en 1,6-GPS se ha empleado una mezcla con una proporción de 1,6-GPS/1,1-GPM de 4,51:1.

Las mezclas se administraban a los voluntarios en forma de soluciones acuosas.

Determinación del valor umbral

30

Serie de concentraciones 1 (1,1-GPM) del ensayo del valor umbral

Tabla II

nombre de la muestra	concentración [g/100g]	reconocimiento del valor umbral [%]
220895/1	0	0
220895/2	2	57,14
220895/3	4	14,28
220895/B	5	28,57
220895/4	6	0

35

Serie de concentraciones 2 (1,6-GPS) del ensayo del valor umbral

Tabla III

nombre de la muestra	concentración [g/100g]	reconocimiento del valor umbral [%]
220895/5	0	0
220895/6	2	71,43
220895/7	4	14,28
220895/A	5	14,28
220895/8	6	0

40

Al utilizar una mezcla enriquecida en la 1,6-GPS se reconoce mejor una concentración baja de alcohol de azúcar que si se utiliza una mezcla enriquecida en la 1,1-GPM.

Prueba de diferenciación:

5 En el ensayo de diferenciación por parejas (test dúo) se pone de manifiesto que el 62,5 % (5 de 8 voluntarios) encuentra más dulce una mezcla rica en la 1,6-GPS en una concentración del 10 % y el 37,5% (3 de 8 voluntarios) la mezcla rica en la 1,1-GPM.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Productos grageados que constan de núcleo y cubierta, la cubierta contiene por lo menos una capa formada por una mezcla de la 1,6-GPS (6-O- α -D-glucopiranosil-D-sorbita) y la 1,1-GPM (1-O- α -D-glucopiranosil-D-manita) enriquecida en la 1,6-GPS, compuesta por una proporción de más del 57 % en peso de la primera : menos del 43 % en peso de la segunda hasta el 99 % en peso de la primera: 1 % en peso de la segunda (porcentajes referidos a la sustancia seca de la mezcla empleada para la fabricación, basada en la 1,6-GPS y la 1,1-GPM, siendo el contenido de la 1,6-GPS + la 1,1-GPM igual al 100 %) y que comprende por lo menos una capa formada exclusivamente por la mezcla enriquecida en la 1,6-GPS o por composiciones que contienen esta mezcla.
- 10 2. Productos en grageas según la reivindicación 1, caracterizados porque contienen colorantes en la cubierta.
- 15 3. Productos en grageas según una de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizados porque el colorante es el dióxido de titanio.
- 20 4. Productos en grageas según una de las reivindicaciones de 1 a 3, caracterizados porque contienen cargas de relleno, en especial povidona, inulina o carbonato cálcico en la cubierta.
- 25 5. Productos en grageas según una de las reivindicaciones de 1 a 4, caracterizados porque contienen en la cubierta sustancias tensioactivas, en especial polisorbatos y/o sustancias filmógenas, en especial la carboximetil-celulosa, gelatina de metilcelulosa, hidroxipropil-celulosa, hidroxietil-celulosa o etil-celulosa.
- 30 6. Productos en grageas según una de las reivindicaciones de 1 a 5, caracterizados porque el núcleo es una almohadilla de goma de mascar, un fruto, una nuez, una lenteja de chocolate, un caramelo duro, un caramelo blando, una jalea, un producto del tipo "Nonpareilles", "Liebesperle", un producto farmacéutico o una pieza de producto alimentario.
- 35 7. Producto en grageas según una de las reivindicaciones de 1 a 6, caracterizado porque contiene gelatinas, grasa o sucedáneos de grasa.
- 40 8. Producto en grageas según una de las reivindicaciones de 1 a 7, caracterizado porque contiene un edulcorante intenso, en especial el ciclamato, sacarina, aspartamo, glicirricina, neohesperidina, dihidrochalcona, taumatina, monellina, acesulfamo, alitamo o sucralosa.
- 45 9. Procedimiento para la fabricación (i) de una mezcla de la 1,6-GPS y la 1,1-GPM enriquecida en la 1,6-GPS, en una proporción de más del 57 % en peso : menos del 43 % en peso hasta el 99 % en peso : el 1 % en peso (porcentajes referidos a la sustancia seca de la mezcla empleada para la fabricación, basada en la 1,6-GPS y la 1,1-GPM, siendo el contenido de la 1,6-GPS + la 1,1-GPM igual al 100 %) y (ii) de una mezcla de la 1,6-GPS y la 1,1-GPM enriquecida en la 1,1-GPM en una proporción del 1 % en peso de la primera: el 99 % en peso de la segunda hasta menos del 43 % en peso de la primera : más del 57 % en peso de la segunda (porcentajes referidos a la sustancia seca de la mezcla empleada para la fabricación, basada en la 1,6-GPS y la 1,1-GPM, siendo el contenido de la 1,6-GPS + la 1,1-GPM igual al 100 %) a partir de la isomaltulosa hidratada, caracterizado porque se disuelve la isomaltulosa hidratada en agua, se le añade la isomaltulosa hidratada cristalina en una cantidad tal que se rebasa su solubilidad, se filtra la suspensión resultante y se separa el líquido filtrado enriquecido en la 1,6-GPS de la torta del filtro enriquecida en la 1,1-GPM.
- 50 10. Procedimiento de fabricación de un producto en grageas según una de las reivindicaciones de 1 a 6, caracterizado porque se aplica (se deposita) sobre el núcleo por lo menos una vez una solución o suspensión de una mezcla formada por la 1,6-GPS y la 1,1-GPM en una proporción de más del 57 % en peso de la primera: menos del 43 % en peso de la segunda hasta el 99 % en peso de la primera : 1 % en peso de la segunda (porcentajes referidos a la sustancia seca de la mezcla empleada para la fabricación, basada en la 1,6-GPS y la 1,1-GPM, siendo el contenido de la 1,6-GPS + la 1,1-GPM igual al 100 %) y después de la aplicación de cada capa se evapora el disolvente.
- 55 11. Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque la capa aplicada en cada caso se seca después de su aplicación con una corriente de gas, que tiene un punto de rocío de -15°C a +10°C, con preferencia de 0°C.

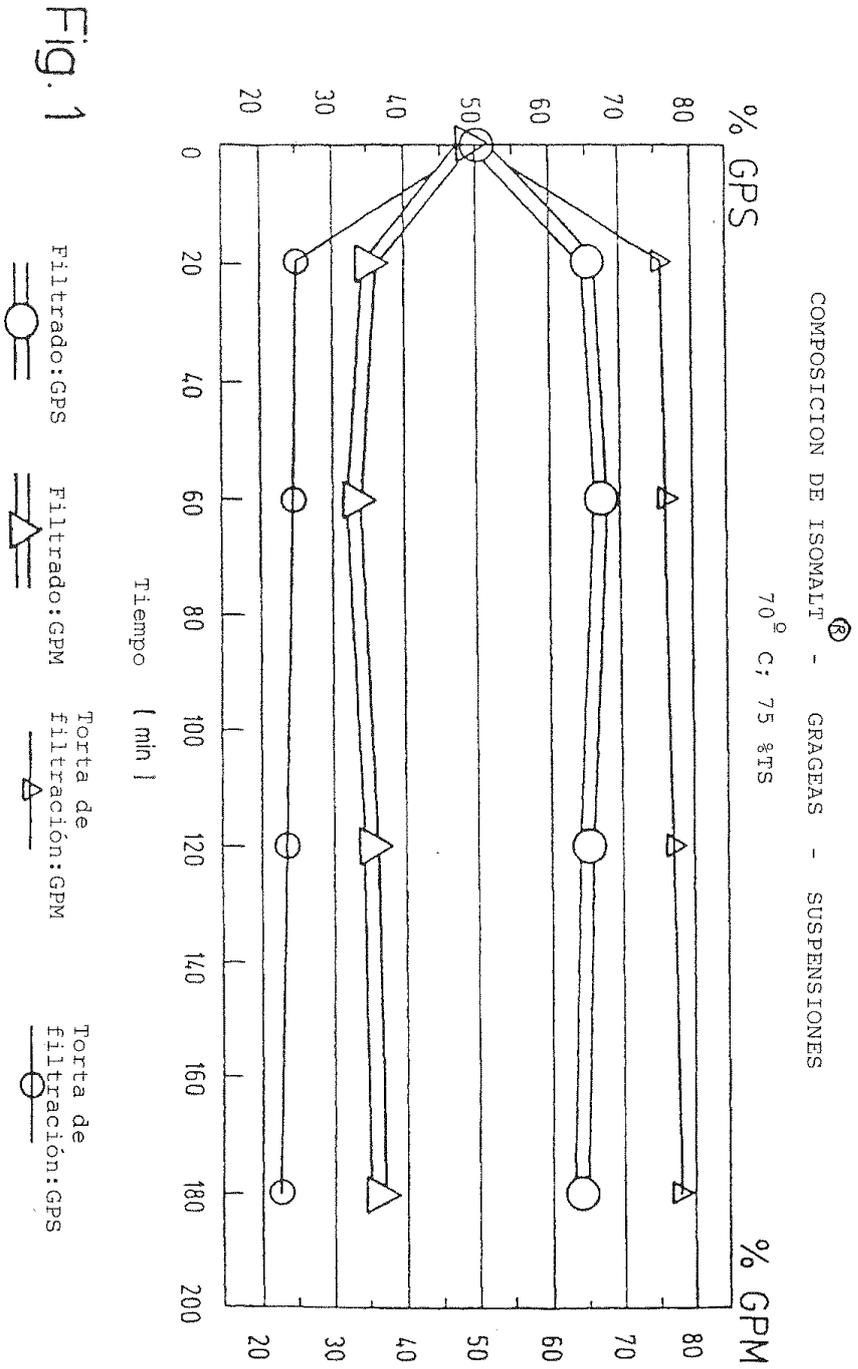


Fig. 1

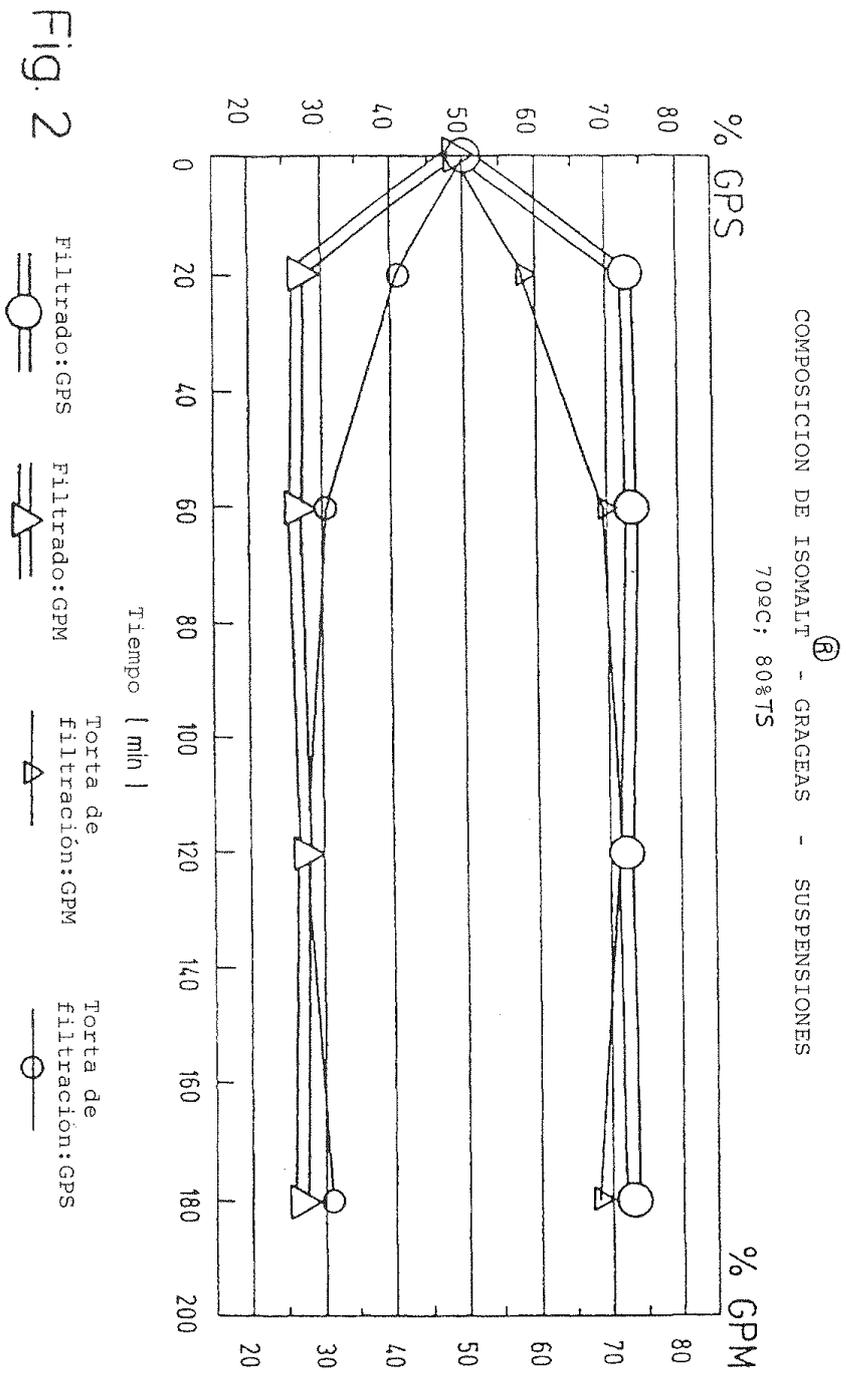


Fig. 2

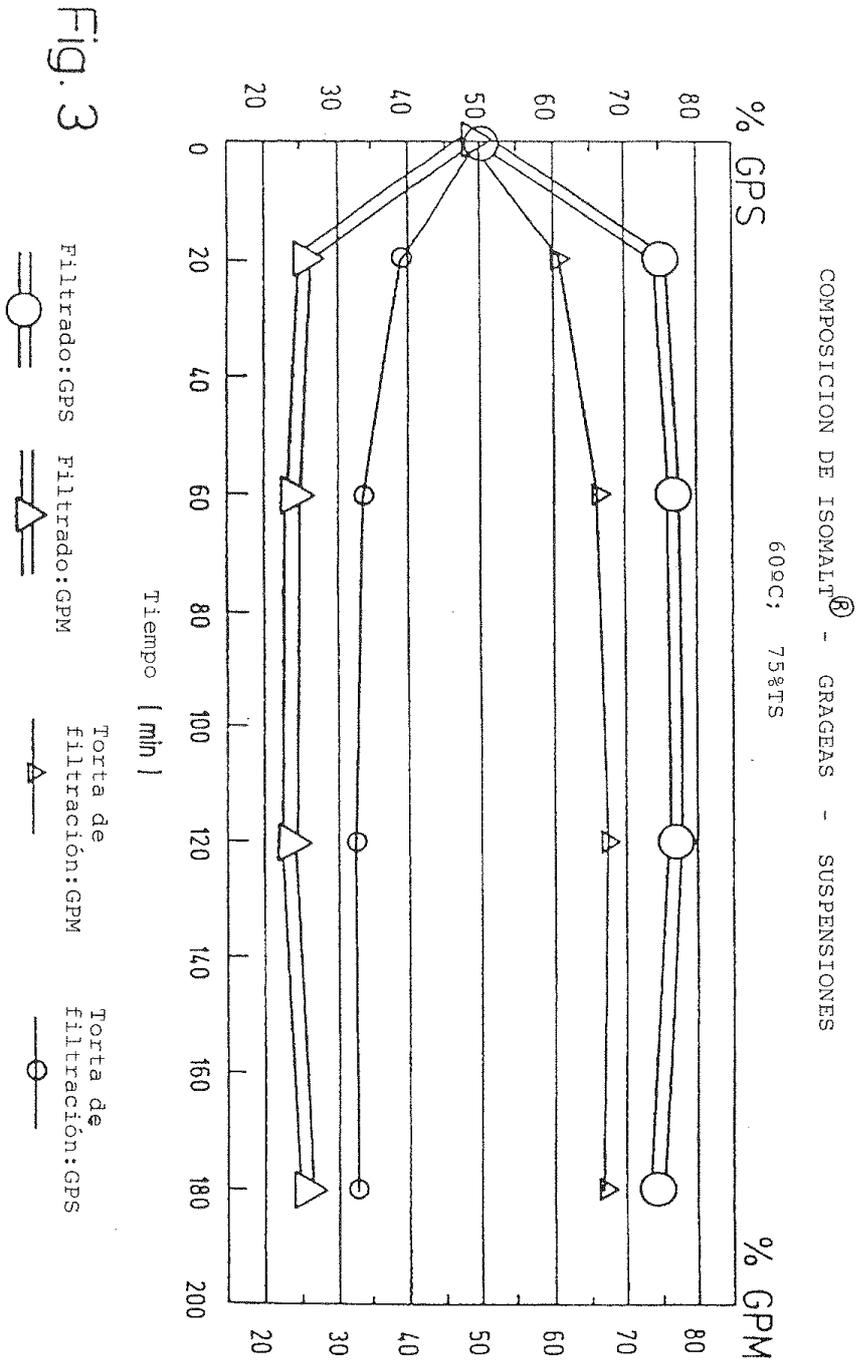


Fig. 3

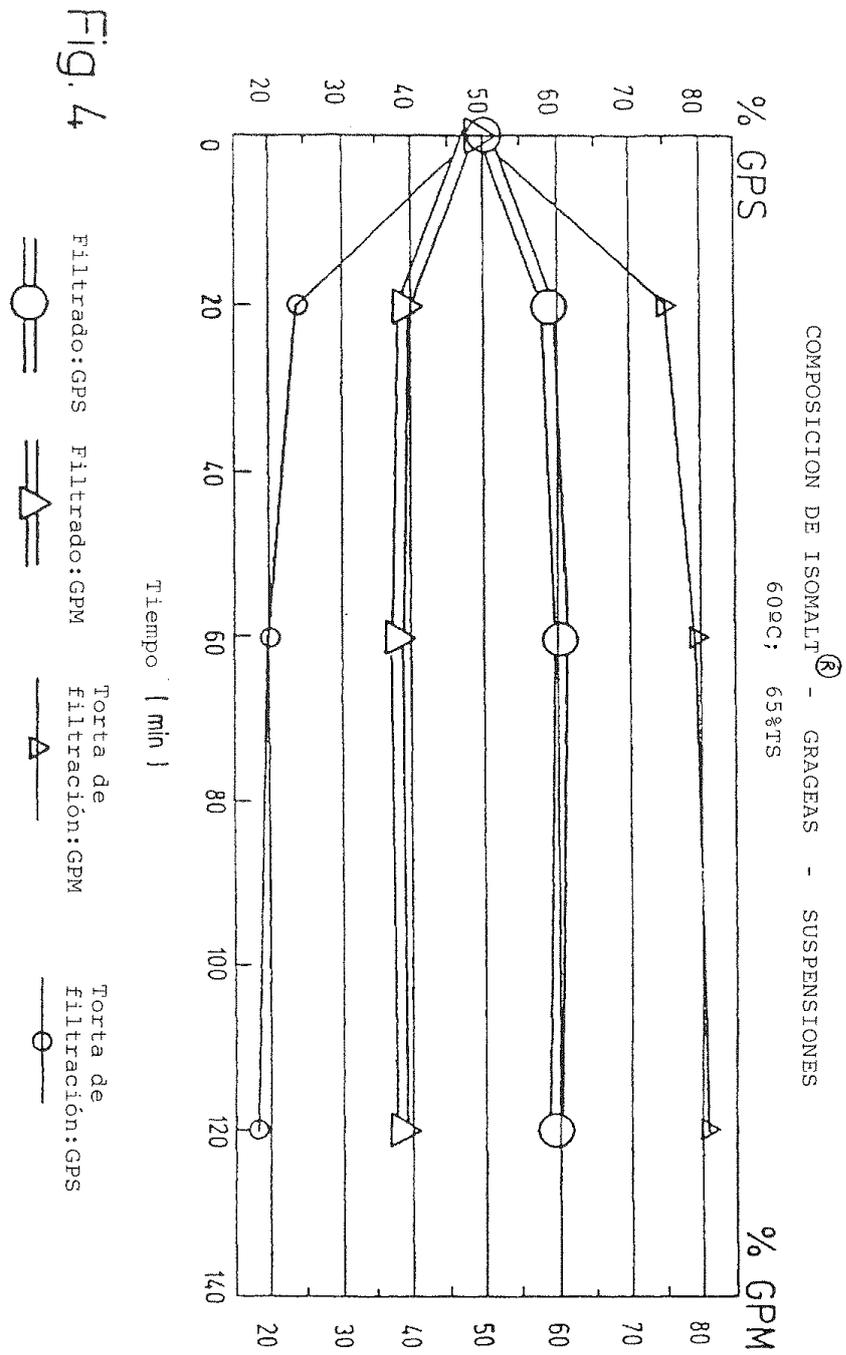
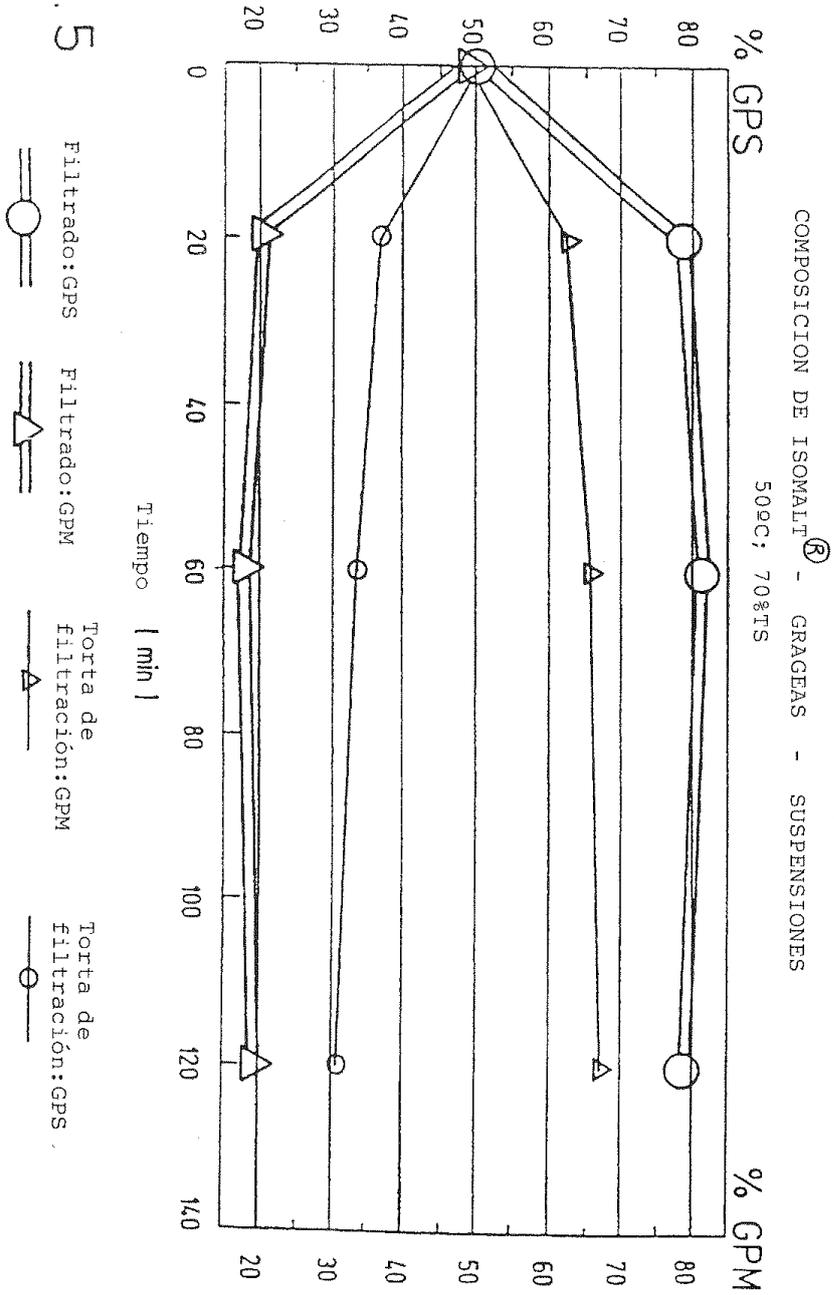


Fig. 4

Fig. 5



SOLUBILIDAD DE ISOMALT[®] EN AGUA (g/100 g solución)

Temperatura (°C)	ISOMALT [®]
0	8,5
2	10,1
4	11,7
6	13,3
8	14,9
10	16,5
12	18,1
14	19,7
16	21,3
18	22,9
20	24,5
22	26,0
24	27,6
26	29,2
28	30,8
30	32,4
32	34,0
34	35,6
36	37,2
38	38,8
40	40,4
42	42,0
44	43,6
46	45,2
48	46,8
50	48,4
52	50,0
54	51,6
56	53,2
58	54,7
60	56,3
62	57,9
64	59,5
66	61,1
68	62,7
70	64,3
72	65,9
74	67,5
76	69,1
78	70,7
80	72,3

Fig. 6

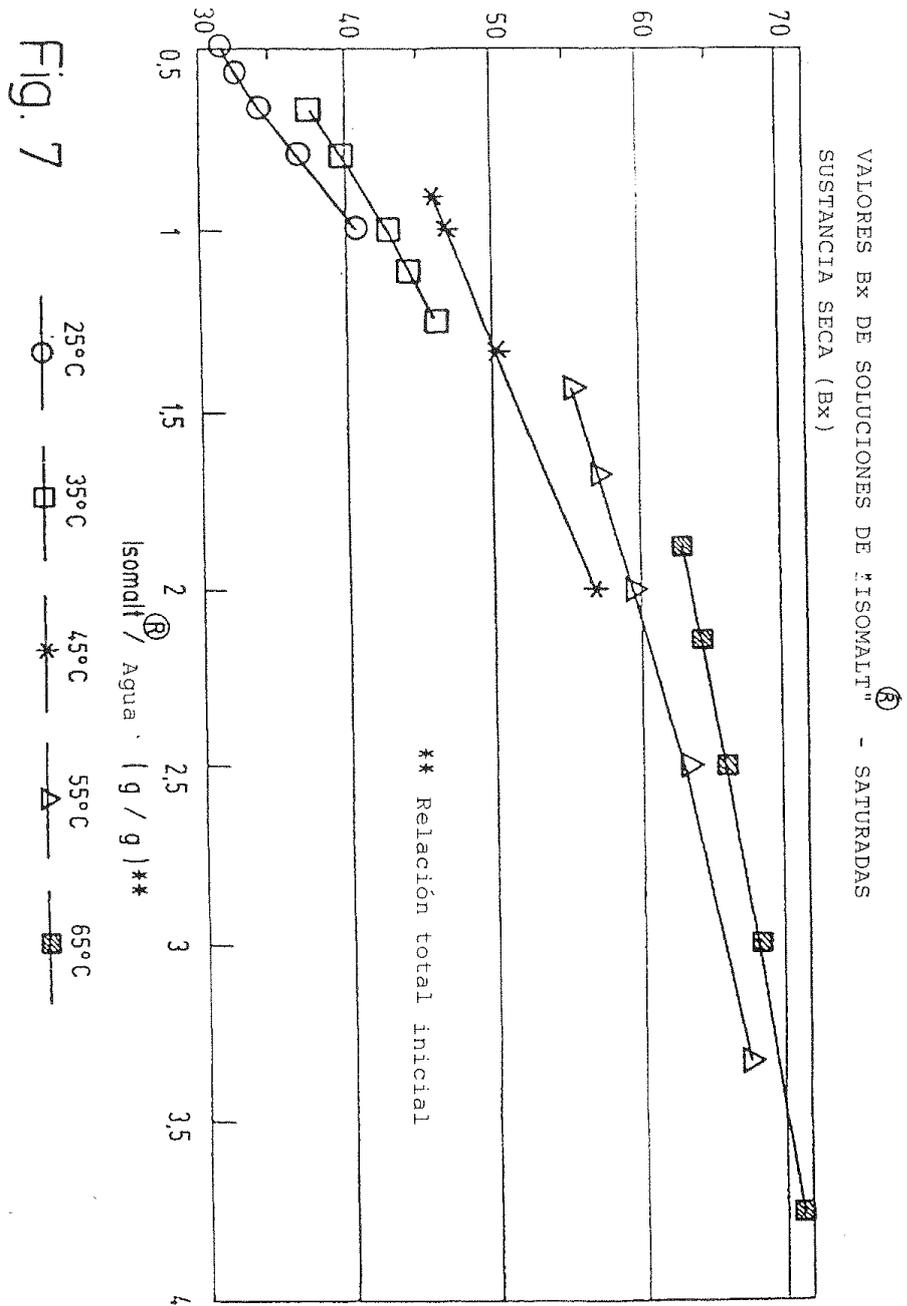


Fig. 7

