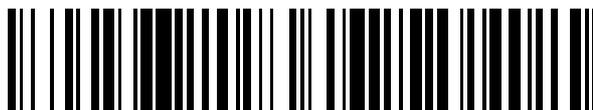


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 566 644**

51 Int. Cl.:

C13B 30/00 (2011.01)

C12P 19/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.05.2012 E 12790104 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.01.2016 EP 2716771**

54 Título: **Procedimiento para producir un material sólido a partir de una solución de sacáridos, y material sólido**

30 Prioridad:

23.05.2011 JP 2011114934

28.11.2011 JP 2011259313

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

14.04.2016

73 Titular/es:

MITSUI SUGAR CO., LTD. (50.0%)
8-2, Nihonbashi Honcho 2-chome Chuo-ku
Tokyo 103-8423, JP y
SAN-EI SUCROCHEMICAL CO., LTD. (50.0%)

72 Inventor/es:

SUGITANI, TOSHIAKI;
MIYASAKA, KIYOAKI;
HIRAOKA, TAKESHI y
NARITA, YASUSHI

74 Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 566 644 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

Procedimiento para producir un material sólido a partir de una solución de sacáridos, y material sólido.

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento de producción de un material sólido a partir de una solución de sacáridos.

10 Antecedentes de la invención

La isomaltulosa es un disacárido que se obtiene sometiendo sacarosa a la acción de una alfa-glucosiltransferasa, que es una enzima producida por *Protaminobacter rubrum*, *Serratia plymuthica*, *Erwinia rhapsontici* o *Klebsiella sp.*, de modo que se cambie un enlace alfa-1,2 de la sacarosa por un enlace alfa-1,6.

15 La composición de sacáridos de una solución de sacáridos obtenida sometiendo una solución de sacarosa a la acción de la enzima es del 60 al 90% en masa de isomaltulosa, del 5 al 35% en masa de trehalulosa, del 0,2 al 5% en masa de glucosa y del 0,2 al 5% en masa de fructosa. La solución de sacáridos se concentra de modo que la isomaltulosa cristalice para obtener cristales de isomaltulosa en la solución (etapa de cristalización) y, después, los cristales obtenidos se recogen por centrifugación (etapa de centrifugación). De este modo, la isomaltulosa cristalizada se obtiene sometiendo la solución de sacáridos a la etapa de cristalización y a la etapa de centrifugación. La isomaltulosa cristalizada se comercializa como palatinosa (marca comercial) IC cristalina (Mitsui Sugar Co., Ltd., una pureza de isomaltulosa del 99,0% o superior). Ahora bien, la composición de sacáridos de un jarabe obtenido en la etapa de centrifugación es del 53 al 59% de trehalulosa y del 11 al 17% de isomaltulosa. El jarabe se comercializa como jarabe de palatinosa (marca comercial) ISN (Mitsui Sugar Co., Ltd.).

20 La solubilidad de la isomaltulosa en agua es baja y, por lo tanto, la isomaltulosa se cristaliza fácilmente. Por otra parte, la trehalulosa no cristaliza y permanece en estado líquido. Por lo tanto, la etapa de centrifugación es esencial para eliminar la trehalulosa, para comercializar la isomaltulosa separada como un producto sólido o un producto en polvo. En la etapa de centrifugación, la isomaltulosa cristalizada y el jarabe se obtienen en una determinada proporción. No obstante, no se alcanza a veces un equilibrio entre la demanda y la oferta para el jarabe; por lo tanto, el jarabe se desecha.

25 El documento de patente N° 1 describe un procedimiento de producción de una formulación de sacáridos, caracterizándose el procedimiento porque en la sacarosa que se va a convertir a palatinosa por medio de una enzima bacteriana que convierte sacarosa en palatinosa, las cantidades de glucosa y fructosa generadas en la conversión se controlan modificando la temperatura de modo que los sacáridos generados en la conversión se solidifiquen todos conjuntamente (reivindicaciones). Un medio para solidificar los sacáridos todos conjuntamente puede ser un procedimiento de solidificación y pulverización, un procedimiento de secado por pulverización, un procedimiento de sacado al vacío en un tambor o un procedimiento de secado en capas de espuma (página 2, columna inferior izquierda, líneas 10 a 13). En el procedimiento de secado por pulverización, una solución de sacáridos concentrada o una solución de sacáridos en forma de masa cocida y la formulación de sacáridos ya reducida a polvo de la invención de la literatura de patente N° 1 se convierten cada una por separado en capas finas mediante fuerza centrífuga, y estas dos capas se hacen chocar entre sí de forma cruzada para granularlas y solidificarlas en un gas de solidificación (página 2, columna inferior izquierda, línea 17 a columna inferior derecha, línea 1).

35 La literatura de patente N° 2 describe gránulos que comprenden lactosa y almidón (reivindicación 1). Los gránulos se obtienen en un procedimiento que comprende una etapa de secado por pulverización de una suspensión de lactosa y almidón (párrafo 0036). Antes del secado por pulverización, se prepara una suspensión en agua fría, a la que se añade monohidrato de lactosa (párrafo 0037). La mezcla, que está habitualmente a 15 a 25 grados Celsius, se seca por pulverización a una temperatura de entrada de 160 grados Celsius y a un caudal tal que la temperatura del aire y la temperatura del producto secado por pulverización en la salida sean de aproximadamente 65 grados Celsius en un secador por pulverización de uso rutinario conocido por el experto (párrafo 0037).

40 La literatura de patente N° 3 describe un procedimiento de producción de glucosa en polvo caracterizado porque el almidón se hidroliza con ácido o una enzima, el hidrolizado se purifica opcionalmente en un procedimiento rutinario y se concentra formando una masa cocida con o sin la adición de semillas cristalinas, y la masa cocida se seca por pulverización para producir glucosa en polvo (reivindicaciones).

45 La literatura de patente N° 4 describe un procedimiento de producción de un polvo de monosacáridos o disacáridos que comprende una etapa de secado por pulverización de una masa cocida de solución sacarificada que comprende maltosa o glucosa, caracterizado porque, después de la etapa de secado por pulverización, se lleva a cabo una etapa de envejecimiento en la que se ajusta la humedad relativa ambiente (HR ambiente) a una humedad relativa de equilibrio (HR de equilibrio) que corresponde a un índice Bx (Brix: concentración de sacáridos) de una película de jarabe (solución madre que se adhiere al producto secado por pulverización) de 82 ± 2 (reivindicación 1).

La literatura de patente Nº 5 a 7 describe un procedimiento para secar por pulverización una solución que contiene oligosacáridos.

5 La literatura de patente Nº 5 describe un procedimiento de producción de polvo de sacáridos que consiste principalmente en oligosacáridos (en adelante denominado "oligosacárido") a partir de una solución acuosa de maltosa y oligosacáridos que tienen pesos moleculares iguales o superiores a los de la maltotriosa (reivindicación 1). El procedimiento comprende una etapa de secado en la que una solución acuosa concentrada obtenida en una etapa de concentración se pulveriza y se pone en contacto con aire caliente para reducir a polvo el oligosacárido (reivindicación 1). La temperatura de entrada del aire caliente en la etapa de secado es de 80 a 200, preferentemente de 100 a 160 grados Celsius (página 5, columna inferior izquierda, líneas 5 a 6).

15 La literatura de patente Nº 6 describe un procedimiento de producción de maltosa en polvo (reivindicación 1). El procedimiento se caracteriza por una solución de maltosa de alta pureza obtenida mediante hidrólisis enzimática de una solución de almidón licuado que tiene un grado de hidrólisis bajo y que contiene el 90% o más de maltosa y el 2-5% o menos de maltotriosa se concentra hasta un contenido sólido del 65 al 80%, a la que se añaden semillas cristalinas; se forman principalmente cristales a 25 ± 5 grados Celsius a una relación de cristalización del $50 \pm 5\%$; una cantidad apropiada de una solución de maltosa, si es necesario, se añade de modo que la viscosidad de la solución a la temperatura de la etapa de cristalización sea de 70.000 centipoises o inferior; la solución de maltosa se seca por pulverización para obtener un polvo que tiene un contenido de agua del 5,5 al 7,5%; y el polvo se somete inmediatamente a una etapa de envejecimiento en una atmósfera a una temperatura alta y a una humedad alta, es decir, una humedad relativa del 50 al 70% y una humedad absoluta de 45 a 185 g de agua/kg de aire seco, para producir la cristalización y el secado (reivindicación 1).

25 La literatura de patente Nº 7 describe un procedimiento de producción de una composición en polvo no higroscópica, comprendiendo el procedimiento una etapa de secado por pulverización, sin ningún vehículo para el secado por pulverización, una solución acuosa que comprende al menos un material que es inherentemente higroscópico y tiene una temperatura de transición vítrea de 10 a 110 grados Celsius y un fluido a temperatura baja, especialmente un fluido a temperatura baja de grado alimentario, o una mezcla de fluidos a temperatura baja, especialmente los seleccionados de dióxido de carbono, gas nitrógeno y aire licuado (reivindicación 1). La solución acuosa usada en el procedimiento se obtiene disolviendo el fluido a temperatura baja en una solución acuosa de partida que comprende el material que es inherentemente higroscópico (reivindicación 1).

35 La literatura de patente Nº 8 a 11 siguiente describe que una solución que contiene alcohol de azúcar se seca por pulverización.

40 La literatura de patente Nº 8 describe una composición que puede obtenerse mediante secado conjunto por pulverización, en la que la composición comprende manitol en una cantidad inferior al 10% en masa y consiste sustancialmente en dos o más polioles (reivindicación 1). La composición puede obtenerse disolviendo dos o más polioles en agua y pulverizando la mezcla acuosa resultante en un flujo de aire que tiene una temperatura de 120 a 300 grados Celsius (reivindicación 2).

45 La literatura de patente Nº 9 describe el uso de un polvo secado por pulverización que comprende alcohol de azúcar para evitar que se descomponga o se desnaturalice un ingrediente activo por compresión o para evitar que la función de una partícula funcional se altere por compresión en la producción de un fármaco por compresión (reivindicación 1). La literatura de patente Nº 10 describe un coadyuvante para producir comprimidos mediante compresión directa caracterizado porque el coadyuvante comprende xilitol en una cantidad superior al 90% en masa y uno o más de otros polioles en una cantidad inferior al 10% en masa y porque el coadyuvante se produce mediante secado por pulverización o granulación en un lecho fluidizado (reivindicación 1).

50 La literatura de patente Nº 11 describe un procedimiento de producción de maltitol cristalino y cristales de maltitol que comprenden jarabe (reivindicación 1). El procedimiento se caracteriza por que las etapas siguientes se realizan consecutivamente: 1) una primera etapa en la que un jarabe que tiene una concentración del 30 al 75% en peso, en el que del 81 al 90% en peso del contenido sólido es maltosa, se hidrogena catalíticamente para obtener un jarabe de alcohol de azúcar correspondiente, 2) una segunda etapa en la que el jarabe de alcohol de azúcar se alimenta a una torre empacutada con una resina de intercambio catiónico para obtener por cromatografía una fracción de jarabe rica en maltitol en la que el contenido sólido comprende del 92 al 99,9% en peso de maltitol y 3) una tercera etapa en la que, después de concentrar la fracción de jarabe rica en maltitol, una parte del jarabe concentrado se cristaliza en presencia de semillas cristalinas para recoger maltitol cristalino y la parte remanente del jarabe concentrado se seca por pulverización o se enfría y se amasa en presencia de semillas cristalinas para obtener cristales de maltitol que comprenden jarabe (reivindicación 1).

65 La memoria descriptiva de la solicitud de patente japonesa Nº 2011-27216 describe un procedimiento de producción de un material sólido a partir de una solución de polisacáridos que comprende isomaltulosa, en el que una solución de sacarosa se somete a la acción de una enzima que produce isomaltulosa a partir de sacarosa para preparar una solución de sacáridos que comprende isomaltulosa. El procedimiento comprende una etapa de calentamiento de la

solución de polisacáridos para ajustar el contenido sólido de la solución de sacáridos al 77-96% en masa, una etapa de sometimiento de la solución resultante a una fuerza de cizallamiento para generar núcleos cristalinos manteniendo mientras la temperatura a 65 a 120 grados Celsius, seguida del enfriamiento del producto cizallado para obtener el material sólido (reivindicación 1).

- 5
Literatura de patente N° 1: Solicitud de patente japonesa abierta al público N° SHO-56-117796
- Literatura de patente N° 2: Solicitud de patente japonesa abierta al público N° 2002-142690
- 10
Literatura de patente N° 3: Solicitud de patente japonesa abierta al público N° SHO-39-4834
- Literatura de patente N° 4: Solicitud de patente japonesa abierta al público N° 2004-283026
- 15
Literatura de patente N° 5: Solicitud de patente japonesa abierta al público N° SHO-61-93129
- Literatura de patente N° 6: Solicitud de patente japonesa abierta al público N° SHO-60-92299
- Literatura de patente N° 7: Publicación en fase nacional japonesa N° 2009-530356
- 20
Literatura de patente N° 8: Publicación en fase nacional japonesa N° HEI-09-507863
- Literatura de patente N° 9: Documento WO2002/070013
- Literatura de patente N° 10: Publicación en fase nacional japonesa 2001-519378
- 25
Literatura de patente N° 11: Solicitud de patente japonesa abierta al público N° HEI-09-19300

Sumario de la invención

30 Objetivo de la invención

Como se ha descrito anteriormente, la composición de sacáridos de la solución de sacáridos que contiene isomaltulosa obtenida sometiendo una solución de sacarosa a la acción de una enzima, alfa-glucosiltransferasa, es del 60 al 90% en masa de isomaltulosa, del 5 al 35% en masa de trehalulosa, del 0,2 al 5% en masa de glucosa y del 0,2 al 5% en masa de fructosa. La trehalulosa es no cristalina, es decir, líquida. Por lo tanto, sin una etapa de centrifugación es difícil obtener un material sólido a partir de la solución de sacáridos que contiene isomaltulosa, debido a una solución de sacáridos no cristalinos que consiste principalmente en trehalulosa.

En consecuencia, la solución de sacáridos misma que contiene isomaltulosa no puede comercializarse como un producto de isomaltulosa solidificado o en polvo. Como producto de isomaltulosa solidificado o en polvo convencional puede mencionarse la palatinosa IC cristalina (Mitsui Sugar Co., Ltd.) mencionada anteriormente. Este producto consiste en cristales de isomaltulosa. Para obtener cristales de isomaltulosa son necesarias la etapa de cristalización y la etapa de centrifugación, tal como se ha descrito anteriormente. La etapa de centrifugación es esencial especialmente para separar cristales de isomaltulosa de la solución de sacáridos no cristalinos. Por el contrario, la isomaltulosa representa aproximadamente el 80% en masa de los sacáridos de la solución de sacáridos obtenida sometiendo una solución de sacarosa a la acción de alfa-glucosiltransferasa. Por lo tanto, si la solución de sacáridos misma puede solidificarse o reducirse a polvo, dicho producto solidificado o reducido a polvo puede comercializarse como producto de isomaltulosa, aunque la pureza de la isomaltulosa sea inferior a la de los productos convencionales. Un objetivo de la presente invención es proporcionar un procedimiento de producción de un producto de isomaltulosa que pueda comercializarse como un producto sólido o un producto en polvo sin la etapa de centrifugación mencionada anteriormente. Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un material sólido que comprenda la solución de sacáridos no cristalinos mencionada anteriormente.

55 Medios para lograr estos objetivos

La presente invención proporciona un procedimiento de producción de un material sólido que contiene isomaltulosa a partir de una solución de sacáridos que comprende isomaltulosa, en el que dicho material sólido comprende isomaltulosa en una cantidad del 70 al 90% en masa y trehalulosa en una cantidad del 8 al 25% en masa, en el que una solución de sacarosa se somete a la acción de una enzima que produce isomaltulosa a partir de sacarosa para preparar una solución de sacáridos que comprende isomaltulosa. Este procedimiento comprende (a) una etapa que hace que la isomaltulosa cristalice para obtener cristales que tienen un diámetro medio de 5 a 60 µm en la solución de sacáridos y (b) una etapa de secado por pulverización de la solución de sacáridos que contiene los cristales de isomaltulosa a una temperatura del aire de 50 a 90 grados Celsius para obtener el material sólido. La presente invención también proporciona un material sólido que comprende isomaltulosa en una cantidad del 70 al 90% en masa y trehalulosa en una cantidad del 8 al 25% en masa, material sólido que está en forma esférica y que tiene un diámetro medio de 60 a 300 µm, determinado mediante medición de la distribución del tamaño de partícula por

difracción láser.

Efectos de la invención

5 Según el procedimiento de la presente invención, una solución de sacáridos obtenida sometiendo una solución de sacarosa a la acción de una enzima que produce isomaltulosa a partir de sacarosa se solidifica sin la etapa de centrifugación previa. Así, sin centrifugar la solución de sacáridos, la solución de sacáridos, que comprende una sustancia no cristalina tal como trehalulosa, se solidifica como un todo. En consecuencia, se obtiene un material sólido rico en isomaltulosa.

10 El material sólido que contiene isomaltulosa obtenido mediante el presente procedimiento no es pegajoso sino seco, especialmente en polvo. En consecuencia, el material sólido puede comercializarse como un producto de isomaltulosa sólido, especialmente como un producto de isomaltulosa en polvo.

15 El material sólido que contiene isomaltulosa obtenido mediante el presente procedimiento es blanco. Debido a esta blancura, cuando se añade a un producto alimentario, el material sólido no cambia el color del producto alimentario, lo que se prefiere.

20 La memoria descriptiva de la solicitud de patente japonesa N° 2011-27216, presentada por Mitsui Sugar. Co., Ltd., uno de los presentes solicitantes, describe un procedimiento de producción de un material sólido a partir de una solución de sacáridos que comprende isomaltulosa, en el que una solución de sacarosa se somete a la acción de una enzima que produce isomaltulosa a partir de sacarosa para preparar la solución de sacáridos que contiene isomaltulosa. El material sólido obtenido mediante este procedimiento no es esférico. Por el contrario, el material solidificado que contiene isomaltulosa obtenido mediante el presente procedimiento es esférico.

25 **Breve descripción de los dibujos**

La figura 1 es una copia de una fotografía del material sólido que contiene isomaltulosa obtenido mediante el presente procedimiento, fotografía que se tomó por medio de un microscopio digital.

30 La figura 2 es una ilustración esquemática del material sólido que contiene isomaltulosa obtenido mediante el presente procedimiento.

35 **Formas de realización de la invención**

En la presente invención, "isomaltulosa" es un disacárido en el que está unida glucosa a fructosa mediante un enlace alfa-1,6-glucosilo. La isomaltulosa se denomina también palatinosa (marca comercial), y en adelante se mencionará como palatinosa.

40 En la presente invención, "una enzima que produce isomaltulosa a partir de sacarosa" puede ser cualquier enzima siempre que la enzima genere isomaltulosa a partir de sacarosa. La enzima es, por ejemplo, una alfa-glucosiltransferasa. La alfa-glucosiltransferasa se deriva de, por ejemplo, *Protaminobacter rubrum*, *Serratia plymuthica*, *Erwinia rhapontici* o *Klebsiella* sp.

45 En la presente invención, "una solución de sacáridos que comprende isomaltulosa" se refiere a una obtenida sometiendo una solución de sacarosa a la acción de una enzima que produce isomaltulosa a partir de sacarosa. La solución de sacarosa puede ser cualquiera en la que la enzima produzca isomaltulosa. Por ejemplo, la solución de sacarosa puede ser un licor bruto, un licor marrón, un licor carbonatado y un licor fino que se obtenga en la producción de azúcar. La solución de sacarosa puede comprender sacarosa en una cantidad del 5 al 60% en masa, especialmente del 10 al 50% en masa, para una reacción óptima de la enzima.

50 La solución de sacarosa puede comprender sacáridos diferentes a la sacarosa. Se prefiere que la cantidad de sacarosa sea del 97% en masa o superior, en base a la masa total de todos los sacáridos contenidos en la solución de sacarosa. La solución de sacarosa puede someterse a la acción de la enzima según el procedimiento descrito en la solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública N° SHO-57-39794, pero sin limitarse al mismo. La solución de sacáridos que comprende isomaltulosa se obtiene sometiendo la solución de sacarosa a la acción de la enzima. La solución de sacáridos obtenida sometiendo una solución de sacarosa a la acción de la enzima (en adelante denominada "solución de sacáridos que contiene isomaltulosa") comprende otros sacáridos aparte de la isomaltulosa. Dichos otros sacáridos son consecuencia de la acción de la enzima mencionada anteriormente, tales como trehalulosa, fructosa, glucosa, sacarosa, isomaltosa e isomelecitosa. La solución de sacáridos que contiene isomaltulosa puede comprender minerales y/o aminoácidos. La solución de sacáridos que contiene isomaltulosa puede comprender además otros componentes. Dichos componentes se añaden, por ejemplo, para mantener las concentraciones de los componentes contenidos en la solución de sacáridos constantes entre lotes. En el presente procedimiento, las clases y las concentraciones de sacáridos en la solución de sacáridos que contiene isomaltulosa se determinan de una forma rutinaria en el presente sector técnico, tal como cromatografía líquida de alto rendimiento.

La isomaltulosa representa del 70 al 90% en masa, preferentemente del 72 al 89% en masa, más preferentemente del 74 al 88% en masa, incluso más preferentemente del 75 al 85% en masa, de sacáridos contenidos en la solución de sacáridos que contiene isomaltulosa. Al calcular este porcentaje de isomaltulosa, el denominador es la masa total de isomaltulosa, trehalulosa, fructosa, glucosa, sacarosa e isomaltosa contenida en la solución de sacáridos que contiene isomaltulosa. La masa de un sacárido se calcula como la de su anhídrido. Cuando el porcentaje de isomaltulosa es demasiado bajo, la solución de sacáridos no puede solidificarse. El porcentaje de isomaltulosa puede ser superior al límite superior indicado anteriormente, pero en general el porcentaje se determina, en función del porcentaje de isomaltulosa en la solución de sacáridos resultante de la acción de la enzima, teniendo en cuenta la eficacia de producción, pero sin exceder el límite superior indicado anteriormente.

El porcentaje en masa de trahalulosa, con respecto a la masa total de sacáridos contenida en la solución de sacáridos que contiene isomaltulosa es del 8 al 25% en masa, en particular del 9 al 20% en masa, más particularmente del 10 al 18% en masa. El porcentaje en masa de glucosa, con respecto a la masa total de sacáridos contenidos en la solución de sacáridos que contiene isomaltulosa puede ser, por ejemplo, del 0,1 al 5% en masa, en particular del 0,2 al 4% en masa, más particularmente del 0,3 al 3% en masa. El porcentaje en masa de fructosa, con respecto a la masa total de sacáridos contenidos en la solución de sacáridos que contiene isomaltulosa puede ser, por ejemplo, del 0,1 al 5% en masa, en particular del 0,2 al 4% en masa, más particularmente del 0,3 al 3% en masa. También, al calcular estos porcentajes, el denominador es la masa total de isomaltulosa, trehalulosa, fructosa, glucosa, sacarosa e isomaltosa contenida en la solución de sacáridos, como al calcular el porcentaje en masa de isomaltulosa. Las masas de estos sacáridos se calculan como las de sus anhídridos. Se cree que uno o más de los porcentajes de estos sacáridos diferentes a la isomaltulosa contribuyen a la forma y la sequedad resultantes del material sólido descrito anteriormente. Especialmente, se cree que la combinación de los porcentajes de isomaltulosa y trehalulosa contribuye a ello.

La solución de sacáridos que contiene isomaltulosa puede estar en cualquier forma. Por ejemplo, la isomaltulosa y los sacáridos diferentes a la isomaltulosa pueden estar disueltos, suspendidos o dispersados en la solución, o precipitados en la solución. Por ejemplo, la solución de sacáridos es agua que contiene isomaltulosa y sacáridos diferentes a la isomaltulosa.

En la presente invención, el material sólido que contiene isomaltulosa comprende isomaltulosa y una solución de sacáridos no cristalinos. En el material sólido que contiene isomaltulosa, la isomaltulosa es especialmente sólida. Además, el presente material sólido comprende cristales de isomaltulosa. La solución de sacáridos no cristalinos se cree que consiste principalmente en trehalulosa. La solución de sacáridos no cristalinos puede comprender adicionalmente sacáridos diferentes a la trehalulosa. Entre los sacáridos comprendidos en la solución de sacáridos no cristalinos, se cree que los sacáridos no son cristales. Por ejemplo, la trehalulosa es no cristalina. Se cree que los sacáridos presentes en contenidos reducidos, tales como glucosa, fructosa y sacarosa, están en un jarabe y que no están cristalizados. La solución de sacáridos no cristalinos comprende especialmente trehalulosa, fructosa, glucosa, sacarosa, isomaltosa y/o isomelecitosa. La solución de sacáridos no cristalinos puede comprender también isomaltulosa. La composición de sacáridos en el material sólido que contiene isomaltulosa es la misma que en la solución de sacáridos que contiene isomaltulosa mencionada anteriormente. Por ejemplo, el porcentaje en masa de isomaltulosa (incluidos cristales de isomaltulosa) con respecto a la masa total del material sólido es del 70 al 90% en masa, más especialmente del 72 al 89% en masa, incluso más especialmente del 74 al 88% en masa o del 75 al 85% en masa. En el presente material sólido, la solución de sacáridos no cristalinos puede ser totalmente líquida, o una parte de la solución puede ser líquida y la parte restante puede formar un sólido. Especialmente, la trehalulosa representa del 40 al 99% en masa, en particular del 45 al 80% en masa, más particularmente del 50 al 70% en masa, de la masa de la solución de sacáridos no cristalinos. Especialmente, la isomaltulosa en la solución de sacáridos no cristalinos representa del 3 al 30% en masa, en particular del 5 al 25% en masa, más particularmente del 7 al 20% en masa, de la masa de la solución de sacáridos no cristalinos.

El presente material sólido puede estar especialmente en forma de una partícula esférica. En la presente invención, una partícula esférica puede no ser exactamente esférica, pero puede ser esencialmente esférica. La forma esférica incluye la forma de una esfera ovalada y la forma de una esfera que tenga una superficie irregular. La mayor parte de las partículas presentan un diámetro de 0,3 a 300 μm y algunas de las partículas pueden tener un diámetro superior al límite superior. El diámetro medio de las partículas esféricas es de 60 a 300 μm , más preferentemente de 80 a 200 μm , determinado mediante medición de la distribución de tamaño de partícula por difracción láser. Las partículas pueden estar en una forma en la que varias partículas están unidas entre sí.

El presente material sólido presenta unos huecos. Los huecos se confirman por el hecho de que cuando el material sólido se disuelve en agua, se producen burbujas. Se cree que debido a los huecos, el presente material sólido tiene una velocidad de disolución elevada.

Se cree que en las partículas esféricas la solución de sacáridos no cristalinos está encerrada en la isomaltulosa sólida.

La presente invención se describirá a continuación en detalle.

En el presente procedimiento, la isomaltulosa se cristaliza para obtener cristales que tienen un diámetro medio de 5 a 60 μm , preferentemente de 6 a 55 μm , más preferentemente de 8 a 50 μm , en la solución de sacáridos que contiene isomaltulosa. El diámetro medio se determina mediante medición de la distribución del diámetro del tamaño de partícula por difracción láser. Por ejemplo, puede usarse SALD-2000J (SHIMADZU CORPORATION) para la medición.

En la presente invención, cuando el diámetro medio de los cristales de isomaltulosa obtenidos en la solución de sacáridos que contiene isomaltulosa se encuentra en el intervalo mencionado anteriormente, se logra la solidificación, especialmente la reducción a polvo, de la solución de sacáridos que contiene isomaltulosa. Si el diámetro medio es mayor que el límite superior, los cristales y la solución de sacáridos no cristalinos se separan entre sí en el secado por pulverización. Como resultado de la separación, la solución de sacáridos no cristalinos en el producto del secado por pulverización no está encerrada por la isomaltulosa sólida (especialmente cristales de isomaltulosa), sino que la isomaltulosa sólida está encerrada por la solución de sacáridos no cristalinos. Después, dicho producto es muy higroscópico y pegajoso y tiende a agregarse. Si el diámetro medio es más pequeño que el límite inferior, el área superficial de los cristales es demasiado grande. En consecuencia, la tensión superficial dificulta que la solución de sacáridos no cristalinos fluya, haciendo así la viscosidad de la mezcla de cristales líquida elevada. Debido a la alta viscosidad, no puede llevarse a cabo el secado por pulverización.

En la presente invención, la isomaltulosa puede cristalizarse apropiadamente según cualquier técnica conocida por un experto en la materia. Especialmente, se ajusta el Brix de la solución de sacáridos que contiene isomaltulosa y, después, se envejece la solución de sacáridos, de modo que se formen cristales de isomaltulosa en la solución de sacáridos. El ajuste del Brix y el envejecimiento se describen en detalle en los puntos 1) y 2) siguientes.

1) Ajuste del Brix

El Brix de la solución de sacáridos que contiene isomaltulosa obtenida sometiendo una solución de sacarosa a la acción de una enzima que produce isomaltulosa a partir de sacarosa es habitualmente de aproximadamente 20 a 60 grados, especialmente de 30 a 50 grados. Esta solución de sacáridos puede someterse directamente a una etapa de envejecimiento para hacer que la isomaltulosa cristalice para obtener cristales de isomaltulosa en la solución. Para una cristalización eficaz, se prefiere ajustar el Brix de la solución de sacáridos que contiene isomaltulosa a de 50 a 80 grados, más preferentemente de 53 a 75 grados, aún más preferentemente de 55 a 70 grados, incluso más preferentemente de 60 a 70 grados. Cuando el Brix se encuentra en el intervalo, la cristalización en la etapa de envejecimiento se lleva a cabo más eficazmente y el tiempo necesario para la cristalización se acorta. El ajuste del Brix se lleva a cabo, preferentemente, calentando para llevar a cabo la etapa de cristalización más eficazmente, pero puede llevarse a cabo mediante cualquier otro procedimiento. El calentamiento puede llevarse a cabo de un modo rutinario conocido en el presente sector técnico. Por ejemplo, la solución de sacáridos se dispone en un recipiente y se calienta con un calentador con agitación. Como ejemplos del calentador pueden mencionarse un evaporador, un tacho al vacío, un evaporador de efecto y un evaporador de película fina. Mediante este calentamiento, en la presente invención, la temperatura de la solución de sacáridos puede elevarse especialmente a de 100 a 115 grados Celsius, más especialmente de 102 a 111 grados Celsius, incluso más especialmente de 103 a 108 grados Celsius, de modo que el Brix se ajuste en el intervalo mencionado anteriormente. Este calentamiento puede realizarse a presión normal. Para lograr dicho Brix deseado rápidamente, el calentamiento puede realizarse a una presión reducida. En dicho caso, la solución de sacáridos se calienta a de 50 a 60 grados Celsius, especialmente de 52 a 59 grados Celsius, más especialmente de 53 a 57 grados Celsius y a 100 mm de Hg (13,33 kPa) para obtener el Brix mencionado anteriormente.

2) Envejecimiento

En la presente invención, el envejecimiento significa que la solución de sacáridos se mantiene en un determinado intervalo de temperatura durante un determinado periodo de tiempo. Para el envejecimiento, se hacen crecer cristales de isomaltulosa en la solución de sacárido. El envejecimiento puede llevarse a cabo en un cristizador o un refrigerador. Como ejemplos del cristizador pueden mencionarse un tanque equipado con un agitador y una camisa o un serpentín para enfriar agua, un cristizador vertical, un mezclador de cinta. El periodo de tiempo necesario para el envejecimiento es, por ejemplo, de 12 a 48 horas a de 20 a 40 grados Celsius. Antes del envejecimiento, se lleva a cabo una etapa de aumento del número de cristales. Esta etapa se lleva a cabo, por ejemplo, añadiendo una pequeña cantidad, tal como del 0,01 al 0,5% de DS (porcentaje en masa sólida), de semillas cristalinas que tienen un diámetro medio de 50 micrómetros o inferior a la solución de sacáridos que tiene el Brix ajustado y agitando la solución de sacáridos mediante un homogeneizador de rotación a alta velocidad a de 8000 a 20000 rpm, de modo que haya presencia en la solución de sacáridos de un número mayor de cristales que el de las semillas cristalinas añadidas. En el envejecimiento, los cristales obtenidos actúan como núcleos para el crecimiento. En vez de la etapa de aumento del número de cristales, se añaden del 0,1 al 5% de DS de semillas cristalinas que tienen un diámetro medio de 25 micrómetros o inferior a la solución de sacáridos que tiene el Brix ajustado y, después, los cristales se dispersan mediante un agitador a de 200 a 1500 rpm. En el envejecimiento, los cristales dispersados actúan como núcleos para el crecimiento. Las semillas cristalinas pueden ser, por ejemplo, las obtenidas triturando cristales de isomaltulosa disponibles comercialmente mediante un molino de martillo. Como

molino de martillo puede mencionarse el molino de muestras KIIV-1 (Fuji Paudal Co., Ltd.), pero sin estar limitado al mismo. Las semillas cristalinas pueden ser, por ejemplo, una dispersión que contiene cristales de isomaltulosa.

5 El rendimiento de cristales obtenidos mediante el envejecimiento depende del Brix de la solución de sacáridos. Por ejemplo, aproximadamente la mitad de la masa del contenido sólido presente en la solución de sacáridos puede cristalizarse. El rendimiento es preferentemente del 30 al 80% en masa, más preferentemente del 40 al 70% en masa. Para determinar el rendimiento, se dispone 1 g de la solución de sacáridos que contiene cristales en un tubo Eppendorf de 1,5 ml de volumen y se centrifuga mediante un separador centrífugo (M150IV, Sakuma Seisakusho Co., Ltd.) a 16.000 rpm durante un minuto, se decanta el sobrenadante y el rendimiento se calcula a partir de la masa de los cristales.

15 La viscosidad de la solución de sacáridos después del envejecimiento puede ser aquella a la que la solución de sacáridos puede secarse por pulverización mediante un secador por pulverización, tal como, por ejemplo, 4000 mPas o inferior, más especialmente 2000 mPas o inferior e incluso más especialmente 1000 mPas o inferior. La viscosidad se determina, por ejemplo, mediante un viscosímetro rotacional. Por ejemplo, se evita la obstrucción a esta viscosidad en la etapa de secado por pulverización subsiguiente, de modo que se logre una mejor pulverización. La gravedad específica de la solución de sacáridos después del envejecimiento es preferentemente de 1 a 1,7 g/ml, más preferentemente de 1,05 a 1,65 g/ml, incluso más preferentemente de 1,1 a 1,6 g/ml. La gravedad específica de la solución de sacáridos se determina, por ejemplo, mediante una botella de gravedad específica (de tipo Gay-Lussac). Se logra una mejor pulverización a esta gravedad específica en la etapa de secado por pulverización subsiguiente.

25 En la presente invención, la solución de sacáridos se seca por pulverización para obtener el material sólido que contiene isomaltulosa de la presente invención. La temperatura del aire en el secado por pulverización es de 50 a 95 grados Celsius, preferentemente de 53 a 93 grados Celsius, más preferentemente de 55 a 90 grados Celsius. Si la temperatura es inferior a la del límite inferior, la solución de sacáridos no se seca de forma suficiente, por lo que la solidificación es insuficiente. Cuando la temperatura se encuentra en este intervalo, se consigue la estructura de las partículas mencionada anteriormente, de modo que se obtiene un material sólido seco no pegajoso, especialmente un polvo. Si la temperatura es superior a la del límite superior, el color del producto resultante es marrón. La adición de dicho producto marrón a un alimento altera el color del alimento. Por lo tanto, no se prefiere dicho producto de isomaltulosa marrón. El producto marrón es oloroso y no puede comercializarse. Este amarronado se piensa que es debido al tostado de los sacáridos (caramelización). Cuando la temperatura se encuentra en el intervalo de temperatura mencionado anteriormente, se obtiene un material sólido que contiene isomaltulosa blanco.

35 En la presente invención, la temperatura del aire es la temperatura en la entrada para el aire que se introduce en la cámara de secado de un secador por pulverización. La temperatura del aire se mide mediante un sensor de temperatura conectado habitualmente al secador por pulverización. La ubicación en la que se conecta el sensor de temperatura se encuentra generalmente próxima a una parte en la que se conecta la cámara de secado con un conducto para introducir el aire caliente.

40 En la presente invención, pueden ajustarse apropiadamente unas condiciones diferentes a la temperatura del aire en la etapa de secado por pulverización. Especialmente, esas condiciones son las siguientes. Un aparato para el secado por pulverización puede ser un secador por pulverización convencional u otro aparato que tenga una función de secado por pulverización equivalente a la de un secador por pulverización. El tamaño o el diámetro interior de una cámara de secado de un secador por pulverización puede ser, por ejemplo, de 300 a 5000 mm. Este tamaño de la cámara de secado puede ajustarse dependiendo de la escala de producción del material sólido que contiene isomaltulosa. La pulverización se lleva a cabo, por ejemplo, mediante una boquilla pulverizadora o un atomizador. Se prefiere especialmente un atomizador debido a la viscosidad de la solución de sacáridos y debido al hecho de que la solución de sacáridos contiene materiales sólidos. El atomizador puede ser de tipo a presión, de tipo giratorio o una combinación de los mismos. Se prefiere un atomizador giratorio para evitar la obstrucción de una bomba o de una boquilla con la solución de sacáridos. Como disco atomizador, puede mencionarse un disco de espiga, pero sin estar limitado al mismo. El diámetro y la velocidad de rotación del disco atomizador puede ajustarse de forma apropiada dependiendo del tamaño de la cámara de secado del secador por pulverización. La velocidad de alimentación de la solución de sacáridos puede ser preferentemente de 2 a 15 kg/h, más preferentemente de 2,5 a 14 kg/h, incluso más preferentemente de 3 a 13 kg/h. Si la velocidad es demasiado baja, la velocidad de producción es baja. Si la velocidad de alimentación es demasiado alta puede tener lugar una obstrucción con la solución de sacáridos o puede tener lugar un secado insuficiente del producto secado por pulverización. El tubo para alimentar la masa cocida puede ser, por ejemplo, un tubo de silicona que tenga un diámetro interior de 3 a 8 mm y un diámetro exterior de 6 a 14 mm. La masa cocida se alimenta a un secador por pulverización a través del tubo. La bomba de alimentación puede ser, por ejemplo, una bomba peristáltica. En el secado por pulverización, la temperatura de aire en la salida puede ser, por ejemplo, de 30 a 70 grados Celsius, especialmente de 35 a 60 grados Celsius. La temperatura del aire en la salida se ajusta dependiendo de las condiciones del secado por pulverización, como la temperatura de aire caliente y la velocidad de alimentación de la masa cocida. La temperatura del aire en la salida puede medirse mediante un sensor de temperatura próximo a la salida del aire.

65 El material sólido que contiene isomaltulosa obtenido mediante el presente procedimiento tiene una velocidad de

disolución muy alta. En unas condiciones en las que se disponen 80 g de agua destilada en un recipiente de 200 ml de volumen y se mantienen a 20 grados Celsius en un baño de agua que tiene una temperatura de 20 grados Celsius, a la que se añaden 20 g del material sólido con agitación mediante un agitador magnético a 400 rpm, el periodo de tiempo necesario para disolver el material sólido puede ser de 150 segundos o inferior, especialmente de 130 segundos o inferior, más especialmente de 110 segundos o inferior, incluso más especialmente de 100 segundos o inferior. Las velocidades de disolución de palatinosa IC cristalina y palatinosa ICP en polvo son de aproximadamente 262 segundos y aproximadamente 235 segundos, respectivamente. Así, la velocidad de disolución del material sólido es muy superior que la de los productos de palatinosa disponibles comercialmente. Por ejemplo, cuando se añade el material sólido a un producto alimentario, la procesabilidad es buena debido a la alta velocidad de disolución.

La gravedad específica aparente del material sólido que contiene isomaltulosa obtenido mediante el presente procedimiento puede ser de 1,2 g/ml o inferior, más especialmente de 1,1 g/ml o inferior, incluso más especialmente de 1,0 g/ml o inferior, determinado mediante el procedimiento descrito en el Ejemplo 9 posterior. La gravedad específica aparente de palatinosa IC cristalina y de palatinosa ICP en polvo es, por ejemplo, de 0,817 g/ml y de 0,41 g/ml.

El contenido de agua del material sólido que contiene isomaltulosa obtenido mediante el presente procedimiento puede ser del 0,5 al 4% en masa, especialmente del 0,6 al 3,5% en masa, más especialmente del 0,7 al 3% en masa, determinado mediante el procedimiento descrito en el Ejemplo 9 posterior. El contenido en agua de palatinosa IC cristalina y palatinosa ICP en polvo es el 0,16% en masa y el 0,23% en masa. El agua cristalina no se cuenta en estos contenidos de agua.

La presente invención proporciona asimismo un material sólido que comprende del 70 al 90% en masa de isomaltulosa y solución de sacáridos no cristalinos, en la que el material sólido está en forma esférica. El material sólido se obtiene mediante el procedimiento mencionado anteriormente.

La presente invención se explicará con mayor detalle haciendo referencia a los ejemplos siguientes, pero no está limitada a estos ejemplos.

En los ejemplos siguientes, se calcula el Brix de la solución de sacáridos que se va a usar como material bruto en base al contenido sólido de palatinosa IC cristalina o palatinosa ISK. El contenido sólido de palatinosa ISK es del 75% en masa. El contenido sólido es el porcentaje de sólidos determinado en base al índice refractivo (refBrix). El porcentaje se determina mediante un refractómetro. Debido a que los cristales de palatinosa contienen el 5% de agua cristalina, el contenido sólido del cristal de palatinosa es el 95%. Cuando se mezclan palatinosa IC (contenido sólido: 95%), palatinosa ISK (contenido sólido: 75%) y agua en una determinada proporción en masa, el contenido sólido de la mezcla se calcula a partir de estos contenidos sólidos y la proporción de los mismos. El contenido sólido de la mezcla es el Brix de la solución de sacáridos que se va a utilizar como material bruto.

El diámetro de partícula en los ejemplos siguientes es el diámetro medio, a menos que se indique lo contrario. El diámetro de partícula se determina mediante un dispositivo de medición de la distribución del tamaño de partícula por difracción láser (analizador del tamaño de partícula por difracción láser SALD-2000J, SHIMADZU CORPORATION).

Ejemplo 1

Producción de un material sólido que contiene isomaltulosa

Se preparó una solución modelo de una solución de sacáridos que contiene isomaltulosa obtenida sometiendo una solución de sacarosa a la acción de una enzima que produce isomaltulosa a partir de sacarosa mezclando palatinosa IC cristalina (Mitsui Sugar Co., Ltd.), jarabe de palatinosa ISK (Mitsui Sugar Co., Ltd.) y agua en una proporción en masa de IC:ISK:agua = 51:18:26 y disolviendo el contenido sólido. La composición de sacáridos de la solución modelo se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1

Tabla 1. Composición de sacáridos de la solución modelo (% en masa)

Palatinosa	Trehalulosa	Fructosa	Glucosa	Sacarosa	Otros
82,7	11,2	2,5	2,5	0,4	0,7

Se desmineraliza una solución de reacción enzimática para producir isomaltulosa y se somete después a una etapa de separación de cristales de palatinosa. Los cristales de palatinosa separados son palatinosa IC (Mitsui Sugar Co., Ltd.) y el jarabe separado de la solución de reacción es jarabe de palatinosa ISK (Mitsui Sugar Co., Ltd.). La mezcla de palatinosa IC (Mitsui Sugar Co., Ltd.) y jarabe de palatinosa ISK (Mitsui Sugar Co., Ltd.) en la proporción indicada anteriormente puede usarse como solución modelo de una solución de sacáridos que contiene isomaltulosa obtenida

sometiendo una solución de sacarosa a la acción de una enzima que produce isomaltulosa a partir de sacarosa. El Brix de la solución modelo fue aproximadamente de 65 grados.

5 Se añadió el 1% en masa de palatinosa molida (diámetro medio: 13 micrómetros, obtenida mediante el molido de cristales de palatinosa (Mitsui Sugar Co., Ltd.) por medio de un molino de martillo) como semillas cristalinas a la solución modelo, y la solución modelo se envejeció durante la noche a 20 grados Celsius para la cristalización de la isomaltulosa en la solución modelo. Los diámetros de partícula de los cristales de isomaltulosa contenidos en la solución modelo después de la cristalización (denominada en adelante "masa cocida") fueron de 15 a 50 micrómetros, y el diámetro medio de los cristales fue de 32,19 micrómetros. La viscosidad y la gravedad específica de la masa cocida fueron de 100 mPa s y de 1,28 g/ml, respectivamente. La viscosidad se determinó mediante un viscosímetro rotacional. La gravedad específica se determinó mediante una botella de gravedad específica (de tipo Gay-Lussac). La masa cocida se secó por pulverización. El secador por pulverización usado fue el P260 (PRECI Co., Ltd.). La especificación del secador por pulverización fue la siguiente: diámetro interior: \varnothing 2600 mm, tipo de pulverización: atomizador rotatorio, disco: disco de tipo de agujas (\varnothing 100 mm), tamaño del aparato: 2600 mm, tubo para alimentar la masa cocida: un tubo de silicona (diámetro interior: 6 mm, diámetro exterior: 10 mm), bomba: bomba peristáltica de tipo RPSE2 (posición central). La velocidad de rotación del atomizador fue de 12.000 rpm. La velocidad de alimentación de la masa cocida al secador por pulverización fue de 4,419 kg/h. La temperatura del aire (denominada también "temperatura en la entrada") fue de 85 grados Celsius. La temperatura del aire en la salida fue de 67 a 68 grados Celsius. Como resultado del secado por pulverización se obtuvo un material sólido que contenía isomaltulosa (denominado en adelante "el material sólido del Ejemplo 1").

La figura 1 representa una copia de una fotografía del material sólido, fotografía que se tomó con un microscopio digital. Un intervalo en la regla de la fotografía indica 10 micrómetros. El material sólido era una partícula esférica. Los diámetros de partícula del material sólido fueron aproximadamente de 22 a 500 micrómetros. El diámetro medio del material sólido fue de aproximadamente 131 micrómetros. El material sólido pudo recogerse usando un golpeador o aire. El material sólido recogido era un polvo seco no pegajoso. El material sólido era blanco. La figura 2 representa una ilustración esquemática de una estructura del material sólido. Como se muestra en la figura 2, se cree que el material sólido es una partícula esférica en la que están contenidos cristales de isomaltulosa en el conglomerado de masa cocida. Se cree que los cristales de isomaltulosa en la partícula esférica están conectados entre sí a través de isomaltulosa sólida, y la solución de sacáridos no cristalina está encerrada dentro de la partícula.

Ejemplo 2

35 Se repitió el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que la velocidad de alimentación de la masa cocida fue de 9,036 kg/h, de modo que se obtuviera un material sólido que contenía isomaltulosa (en adelante denominado "el material sólido del ejemplo 2"). La temperatura del aire a la salida fue de 66 grados Celsius.

40 El material sólido era una partícula esférica. Los diámetros de partícula del material sólido fueron aproximadamente de 28 a 500 micrómetros. El diámetro medio del material sólido fue de aproximadamente 130 micrómetros. El material sólido pudo recogerse usando aire. El material sólido recogido era un polvo seco no pegajoso. El material sólido era blanco.

Ejemplo 3

45 Se repitió el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 con la excepción de que la temperatura del aire fue de 90 grados Celsius y la velocidad de alimentación de la masa cocida fue de 9,036 kg/h, de modo que se obtuviera un material sólido que contenía isomaltulosa (en adelante denominado "el material sólido del ejemplo 3"). La temperatura del aire en la salida fue de 68 a 69 grados Celsius.

50 El material sólido era una partícula esférica. Los diámetros de partícula del material sólido fueron aproximadamente de 28 a 600 micrómetros. El diámetro medio del material sólido fue de aproximadamente 124 micrómetros. El material sólido pudo recogerse usando aire. El material sólido recogido era un polvo seco no pegajoso. El material sólido era blanco.

Ejemplo 4

60 Se preparó una masa cocida con los mismos procedimientos que en el ejemplo 1, con la excepción de que antes del envejecimiento se añadieron 10 g de cristales de palatinosa como semillas a 1000 g de la solución modelo producida en el ejemplo 1. Las semillas se obtuvieron moliendo palatinosa IC con un molino de martillo (SAMPLE-MILL KIIW-I, Fuji Paudal Co., Ltd.). La viscosidad y la gravedad específica de la masa cocida fueron de 90 mPa s y de 1,304 g/ml, respectivamente.

65 Se repitió el mismo procedimiento que en el ejemplo 1 excepto en que esta masa cocida se secó por pulverización, la temperatura del aire caliente fue de 90 grados Celsius y la velocidad de alimentación de la masa cocida fue de 9,036 kg/h, de modo que se obtuviera un material sólido que contenía isomaltulosa (en adelante denominado "el material sólido del ejemplo 4"). La temperatura del aire en la salida fue de 69 a 71 grados Celsius.

El material sólido era una partícula esférica. Los diámetros de partícula del material sólido fueron aproximadamente de 34 a 500 micrómetros. El diámetro medio del material sólido fue de aproximadamente 164 micrómetros. El material sólido pudo recogerse usando aire. El material sólido recogido era un polvo seco no pegajoso. El material sólido era blanco.

Ejemplo 5

Se mezclaron palatinosa IC (Mitsui Sugar Co., Ltd.) y jarabe de palatinosa ISK (Mitsui Sugar Co., Ltd.) con una relación en masa de 65:24. La tabla 2 presenta la composición de sacáridos de la mezcla.

Tabla 2

Tabla 2. Composición de sacáridos de la solución modelo (% en masa)

Palatinosa	Trehalulosa	Fructosa	Glucosa	Sacarosa	Otros
83,2	11	2,4	2,5	0,3	0,6

Se añadió agua a la mezcla, que se calentó después para disolver la palatinosa IC, y su Brix se ajustó a 60,4 grados. Después, la mezcla se enfrió a 25 grados Celsius. Después de enfriar, se añadió a la mezcla el 0,1% DS (porcentaje de masa sólida) de la palatinosa molida tal como se describe en el Ejemplo 1. Después, la mezcla se envejeció a 20 grados Celsius durante 2 horas en un cristizador (homogeneizador ULTRA-TURRAX, IKA Works, Inc.) con agitación a 11.000 rpm, para obtener una masa cocida. Como se observó con un microscopio óptico, los diámetros de partículas cristalinas de isomaltulosa en la masa cocida fueron de 25 a 98 micrómetros. El diámetro medio de los cristales de isomaltulosa en la masa cocida fue de 32,5 micrómetros.

La masa cocida se secó por pulverización mediante un secador por pulverización (SA-5, Hirano Kogyo Co., Ltd.). La especificación del secador por pulverización fue la siguiente: diámetro interior: 2.000 mm, tipo de pulverización: atomizador centrifugador, disco: disco de tipo de agujas (Ø 100mm), tamaño de la cámara de secado: Ø 2000 mm, tubo para alimentar la masa cocida: un tubo de silicona (diámetro interior: 5 mm, diámetro exterior: 8 mm), tipo de bomba: bomba peristáltica (RP-2000). La velocidad de rotación del atomizador fue de 14000 rpm. La velocidad de alimentación de la masa cocida al secador por pulverización fue de 4 kg/h. La temperatura del aire fue de 60 grados Celsius. La temperatura del aire a la salida fue de 41 grados Celsius. Como resultado del secado por pulverización se obtuvo un material sólido que contenía isomaltulosa (denominado en adelante "el material sólido del Ejemplo 5").

El material sólido era una partícula esférica. Los diámetros de partícula del material sólido fueron de aproximadamente 22 a 500 micrómetros, como se observó mediante un microscopio óptico. El diámetro medio del material sólido fue de aproximadamente 131 micrómetros. El material sólido recogido era un polvo seco no viscoso. El material sólido era blanco.

Ejemplo 6

Se preparó una masa cocida con los mismos procedimientos que en el ejemplo 5 con la excepción de que el Brix se ajustó a 59,8 grados. Los diámetros de las partículas cristalinas de isomaltulosa en la masa cocida fueron de 3 a 25 micrómetros, como se observó mediante un microscopio óptico. El diámetro medio de los cristales de isomaltulosa fue de aproximadamente 17,7 micrómetros.

La masa cocida se sometió al mismo secado por pulverización que en el ejemplo 5 con la excepción de que la temperatura del aire era de 80 grados Celsius.

La temperatura del aire a la salida fue de 46 grados Celsius. Como resultado del secado por pulverización se obtuvo un material sólido que contenía isomaltulosa (denominado en adelante "el material sólido del ejemplo 6").

El material sólido era una partícula esférica. Los diámetros de partícula del material sólido fueron de 28 a 600 micrómetros. El diámetro medio del material sólido fue de aproximadamente 130 micrómetros. El material sólido era blanco. El material sólido recogido era un polvo seco no viscoso.

Ejemplo 7

Se preparó una masa cocida con los mismos procedimientos que en el ejemplo 5 con la excepción de que el Brix se ajustó a 59,6 grados. Los diámetros de las partículas de isomaltulosa cristalinas en la masa cocida fueron de 20 a 67 micrómetros. El diámetro medio de los cristales de isomaltulosa fue de aproximadamente 25,7 micrómetros.

La masa cocida se sometió al mismo secado por pulverización que en el ejemplo 5. La temperatura del aire en la salida era de 37 grados Celsius. Como resultado del secado por pulverización se obtuvo un material sólido que contenía isomaltulosa (denominado en adelante "el material sólido del ejemplo 7").

5 El material sólido era una partícula esférica. Los diámetros de partícula del material sólido fueron de 28 a 600 micrómetros, como se observó mediante un microscopio electrónico. El diámetro medio del material sólido fue de aproximadamente 124 micrómetros. El material sólido era blanco. El material sólido recogido era un polvo seco no viscoso.

Ejemplo 8

10 Se preparó una masa cocida con los mismos procedimientos que en el ejemplo 5 con la excepción de que el Brix se ajustó a 60,6 grados, la velocidad de agitación era de 16000 rpm y la temperatura de refrigeración era de 10 grados Celsius. Los diámetros de las partículas de isomaltulosa cristalina en la masa cocida fueron de 1 a 25 micrómetros, como se observó mediante un microscopio óptico. El diámetro medio de los cristales de isomaltulosa fue de aproximadamente 15,4 micrómetros.

15 La masa cocida se sometió al mismo secado por pulverización que en el ejemplo 5. La temperatura del aire en la salida era de 42 grados Celsius. Como resultado del secado por pulverización se obtuvo un material sólido que contenía isomaltulosa (denominado en adelante “el material sólido del ejemplo 8”).

20 El material sólido era una partícula esférica. Los diámetros de partícula del material sólido fueron de 34 a 500 micrómetros, como se observó mediante un microscopio óptico. El diámetro medio del material sólido fue de aproximadamente 164 micrómetros. El material sólido era blanco. El material sólido recogido era un polvo seco no viscoso.

Ejemplo comparativo 1

25 Se preparó la masa cocida con los mismos procedimientos que en el ejemplo 5, con la excepción de que el Brix se ajustó a 51,2 grados y la velocidad de agitación fue de 120 rpm. Los diámetros de las partículas de isomaltulosa cristalina en la masa cocida fueron de 150 a 156 micrómetros, como se observó mediante un microscopio óptico. El diámetro medio de los cristales de isomaltulosa fue de aproximadamente 120,2 micrómetros.

30 La masa cocida se sometió al mismo secado por pulverización que en el ejemplo 5 con la excepción de que la temperatura del aire era de 65 grados Celsius. La temperatura del aire a la salida fue de 41 grados Celsius. El producto del secado por pulverización era un polvo no seco, pero pegajoso que se adhería al interior del secador por pulverización. Así, la isomaltulosa y la solución de sacáridos no cristalinos estaban separadas una de otra en el producto. No se pudo solidificar la totalidad de la masa cocida. El producto no puede comercializarse como tal debido a su pegajosidad.

Ejemplo comparativo 2

40 Se preparó la masa cocida con los mismos procedimientos que en el ejemplo 5, con la excepción de que el Brix se ajustó a 60,1 grados y la velocidad de agitación fue de 120 rpm. Los diámetros de las partículas de isomaltulosa cristalina en la masa cocida fueron de 105 a 156 micrómetros, como se observó mediante un microscopio óptico. El diámetro medio de los cristales de isomaltulosa fue de aproximadamente 133,1 micrómetros.

45 La masa cocida se sometió al mismo secado por pulverización que en el ejemplo 5 con la excepción de que la temperatura del aire caliente era de 65 grados Celsius. La temperatura del aire a la salida fue de 41 grados Celsius. El producto del secado por pulverización era un polvo no seco, pero pegajoso que se adhería al interior del secador por pulverización. Así, la isomaltulosa y la solución de sacáridos no cristalinos estaban separadas una de otra en el producto. No se pudo solidificar la totalidad de la masa cocida. El producto no puede comercializarse como tal debido a su pegajosidad. La mayor parte de la porción solidificada del producto estaba en forma de aglomerados.

Ejemplo comparativo 3

55 Se preparó la masa cocida con los mismos procedimientos que en el ejemplo 5, con la excepción de que el Brix se ajustó a 60,2 grados y la velocidad de agitación fue de 120 rpm. Los diámetros de las partículas de isomaltulosa cristalina en la masa cocida fueron de 45 a 207 micrómetros, como se observó mediante un microscopio óptico. El diámetro medio de los cristales de isomaltulosa fue de 103,6 micrómetros.

60 La masa cocida se sometió al mismo secado por pulverización que en el ejemplo 5. La temperatura del aire en la salida era de 41 grados Celsius. El producto del secado por pulverización era un polvo no seco pero pegajoso que se adhería al interior del secador por pulverización. Así, la isomaltulosa y la solución de sacáridos no cristalinos estaban separadas una de otra en el producto. No se pudo solidificar la totalidad de la masa cocida. El producto no puede comercializarse como tal debido a su pegajosidad. La mayor parte de la porción solidificada del producto estaba en forma de aglomerados.

65 La tabla 3 siguiente enumera las condiciones y los resultados de los ejemplos 5 a 8 y los ejemplos comparativos 1 a

3. En la fila de los resultados, G indica que la totalidad de la solución de sacáridos que contiene isomaltulosa estaba solidificada. B indica que no se solidificó la totalidad de la solución de sacáridos que contiene isomaltulosa. Los materiales sólidos obtenidos en los ejemplos 5 a 8 fueron un polvo seco no pegajoso.

5 **Tabla 3**

Tabla 3. Condiciones y resultados

	Ejemplo 5	Ejemplo 6	Ejemplo 7	Ejemplo 8
Diámetro medio de los cristales en la masa cocida (µm)	32,5	17,7	25,7	15,4
Temperatura del aire (°C)	60	80	60	60
Resultado	G	G	G	G

	Ej. comp. 1	Ej. comp. 2	Ej. comp. 3
Diámetro medio de los cristales en la masa cocida (µm)	120,2	133,1	103,6
Temperatura del aire (°C)	65	65	60
Resultado	B	B	B

10

Ejemplo 9

Se proporcionaron los materiales sólidos de los ejemplos 1 y 5 y dos palatinosas comercialmente disponibles (palatinosa IC cristalina (Mitsui Sugar Co., Ltd., denominada en adelante "IC") y palatinosa ICP en polvo (Mitsui Sugar Co. Ltd., denominada en adelante "ICP")). Se determinaron las velocidades de disolución, las gravedades específicas aparente y los contenidos de agua de estas cuatro muestras.

15

1) Velocidad de disolución

20 Se dispusieron 80 ml de agua destilada en un recipiente de 200 ml de volumen y se mantuvieron a 20 grados Celsius en un baño de agua. Mientras se agitaba con un agitador magnético a 400 rpm, se añadieron 20 g de la muestra al agua y se registró el tiempo necesario (segundos) para que la muestra se disolviera por completo. Los resultados se muestran en la tabla 4:

25 **Tabla 4**

Tabla 4. Velocidad de disolución

	1ª	2ª	3ª	Promedio ± DT
Ejemplo 1	24	27	24	25 ± 1,7
Ejemplo 5	78	77	72	76 ± 3
IC	254	267	266	262 ± 7
ICP	201	246	258	235 ± 30

30 Las velocidades de disolución de los materiales sólidos de los ejemplos 1 a 5 eran muy superiores a las de palatinosa IC cristalina y palatinosa ICP. Se produjeron burbujas cuando los materiales sólidos de los ejemplos 1 y 5 se disolvieron en agua. Estas burbujas se debieron a los huecos presentes en los materiales sólidos. No se produjeron burbujas cuando se disolvieron IC e ICP.

35 2) Gravedad específica aparente

Se determinó la gravedad específica aparente mediante el analizador de polvo ABD (TSUTSUI SCIENTIFIC INSTRUMENTS CD., LTD.), según las instrucciones adjuntas al analizador. Se llenó un recipiente de muestra (100 ml de volumen) con una muestra tomada de una tolva del analizador. Después, la muestra dispuesta por encima de la punta superior del recipiente se eliminó. La muestra remanente se pesó. Se calculó la gravedad específica aparente según la fórmula siguiente:

40

Gravedad específica aparente (g/ml) = Masa de la muestra (g) / 100 (ml). Los resultados se muestran en la tabla 5 siguiente.

45

Tabla 5

Tabla 5. Gravedad específica aparente (g/ml)

Ejemplo 1	0,703
Ejemplo 5	0,665
IC	0,817
ICP	0,41

5 La gravedad específica aparente de los materiales sólidos de los ejemplos 1 y 5 fue más reducida que la de la palatinosa IC cristalina.

3) Contenido de agua

10 Se determinó el contenido de agua en base a la diferencia entre las masas antes y después de un secado a 75 grados Celsius y a presión reducida durante 3 horas. Los resultados se muestran en la tabla 6.

Tabla 6

Tabla 6. Contenido de agua (% en peso)

Ejemplo 1	2,16
Ejemplo 5	1,23
IC	0,16
ICP	0,23

Ejemplo 10

20 Una solución de sacarosa del 40% en masa se sometió a la acción de una alfa-glucosiltransferasa derivada de *Protaminobacter rubrum* para obtener una solución de sacáridos que contiene isomaltulosa. Después, la solución de sacáridos que contiene isomaltulosa se desmineralizó. La reacción enzimática y la desmineralización se llevaron a cabo según los procedimientos descritos en "Manufacture and utilization of Palatinose", Yoshikazu Nakajima, Journal of the Japanese Society of Starch Science, Japanese Society of Starch Science, 1988, Vol. 35, N° 2, páginas 131 a 139. El Brix de la solución desmineralizada era de 38,2 grados. La composición de sacáridos de la solución desmineralizada era tal como se muestra en la tabla 7.

Tabla 7

Tabla 7. Composición de sacáridos de la solución desmineralizada (% en masa)

Palatinosa	Trehalulosa	Fructosa	Glucosa	Sacarosa	Otros
83,6	10,8	2,2	1,9	1,5	0

35 La solución desmineralizada se calentó a 85 grados Celsius en un matraz de 10 litros de volumen de un evaporador rotatorio (N-11, TOKYO RIKAKIKAI CO., LTD.) conectado a una trampa de enfriamiento (UT-50, TOKYO RIKAKIKAI CO., LTD.) y a una bomba de vacío de diafragma (DIVAC2.2L, TOKYO RIKAKIKAI CO., LTD.), de modo que se obtuviera una solución que tenía un Brix de 63 grados. La solución concentrada se enfrió a 25 grados Celsius con agitación. Se añadieron 70 g de palatinosa molida (diámetro medio: 15 micrómetros, palatinosa cristalina triturada con un molino de martillo) a 7 kg de la solución concentrada a 25 grados Celsius, y se envejeció durante la noche a 25 grados Celsius para que cristalizara la isomaltulosa para obtener cristales que tenían un diámetro de 15 a 50 micrómetros, de modo que se obtuviera una masa cocida. El diámetro medio de los cristales en la masa cocida fue de 35,2 micrómetros. La viscosidad y la gravedad específica de la masa cocida después del envejecimiento eran de 120 mPas y de 1,305 g/ml, respectivamente.

45 Usando un secador por pulverización (secador por pulverización pequeño R160, PRECI Co., Ltd.), la masa cocida se secó por pulverización a una temperatura del aire de 90 grados Celsius, una velocidad de rotación del atomizador de 16000 rpm y una velocidad de alimentación de la solución de sacáridos al secador por pulverización de 1,13 kg/h. La temperatura del aire en la salida fue de 67 a 71 grados Celsius. Como resultado del secado por pulverización se obtuvo un material sólido que contenía isomaltulosa (denominado en adelante "el material sólido del ejemplo 10"). El material sólido que contenía isomaltulosa tenía un diámetro medio de aproximadamente 124,4 micrómetros. El material sólido era esférico. El material sólido recogido era un polvo seco no pegajoso.

Ejemplo de prueba 1: Producción de caramelos duros y evaluación

55 Se dispusieron en una cacerola 7 partes en masa del material sólido del ejemplo 10 y 3 partes en masa de agua y se

mezclaron y se calentaron al fuego. Cuando la temperatura del líquido de la mezcla alcanzó 160 grados Celsius, la cacerola se retiró del fuego. El líquido se vertió en moldes y se solidificó para obtener caramelos duros.

5 Se repitieron los mismos procedimientos que se han descrito anteriormente, excepto en que se usó palatinosa (palatinosa IC cristalina, Mitsui Sugar Co., Ltd.) en vez del material sólido del Ejemplo 10.

10 Los caramelos duros preparados a partir del material sólido del ejemplo 10 y a partir de palatinosa fueron transparentes. Cuando los caramelos duros se preparan a partir de únicamente sacarosa, los cristales aparecen en una etapa de condensación o solidificación, de modo que no se obtienen caramelos duros transparentes.. Se muestra que, cuando los caramelos se prepararon a partir de palatinosa IC o el presente material sólido, pudieron obtenerse caramelos transparentes.

Ejemplo de prueba 2: Producción de bebidas de yogur y evaluación

15 Producción de bebidas de yogur

Se produjeron bebidas de yogur usando los ingredientes en las composiciones de las Pruebas 1 a 3 indicadas en la tabla 8 siguiente. Las cantidades del material sólido del ejemplo y de palatinosa fueron 1/0,45 veces superiores a la de sacarosa para proporcionar el mismo grado de dulzor entre las mismas. Los procedimientos de producción son los siguientes. (1) Se añadió leche desnatada en polvo a yogur y se mezcló de modo que no se formaran grumos. (2) Se añadió leche a la mezcla obtenida en (1) y se mezcló, y se añadió cada uno de los sacáridos y se mezcló. (3) Se añadió una solución de ácido cítrico del 30% en masa a la mezcla obtenida en (2) para ajustar el pH a 4,5 para obtener bebidas de yogur.

25 Tabla 8

Tabla 8. Ingredientes y composición para bebida de yogur

Composición (g)	Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3
Yogur	100	100	100
Leche	100	100	100
Material sólido del Ejemplo 10	31	-	-
Azúcar (azúcar GN granulada, Mitsui Sugar Co., Ltd.)	-	15	-
Palatinosa (palatinosa IC cristalina, Mitsui Sugar Co., Ltd.)	-	-	31
Leche desnatada en polvo	1,5	1,5	1,5

Se añadió una solución de ácido cítrico al 30% para obtener un pH de 4,5.

30

Evaluación de la apariencia

El color de las bebidas de yogur de las Pruebas 1 a 3 se analizó mediante un cromámetro (CR-400, KONICA MINOLTA, INC.). Los valores de la tabla 9 están de acuerdo con una fórmula de diferencia de color CIE L*a*b* definida por la Comisión Internacional de Iluminación.

35

Tabla 9

Tabla 9. Diferencias de color

40

	Valor de L*	Valor de a*	Valor de b*
Prueba 1	84,34	-3,7	5,87
Prueba 2	84,73	-3,51	5,86
Prueba 3	84,6	-,3,65	5,77

Como se aprecia a partir de la tabla 9, no se descubre prácticamente ninguna diferencia entre las bebidas de yogur de las pruebas 1 a 3. En el Ejemplo 10, se produjeron bebidas de yogur que tenían la misma apariencia que las producidas con azúcar o palatinosa. Las viscosidades de las bebidas de yogur de las Pruebas 1 y 3 fueron superiores a las de la Prueba 2. Esto es debido a que las cantidades de sacáridos de las Pruebas 1 y 3 fueron superiores a las de la Prueba 2.

45

Evaluación del sabor

50

Como se ha descrito anteriormente, los grados de dulzor se hicieron iguales entre las Pruebas 1 a 3. No obstante, la bebida de yogur de la Prueba 2 fue la más dulce y la bebida de yogur de la Prueba 3 fue la menos dulce. El dulzor

de la Prueba 1 fue más débil que el de la Prueba 2, pero pudo sentirse suficientemente.

La bebida de yogur de la Prueba 1 fue la más ácida, mientras que la de la Prueba 2 fue la menos ácida.

- 5 Comparando el sabor de la bebida de yogur de la Prueba 3 con la de la Prueba 1, el sabor de la Prueba 3 fue sencillo y refrescante, mientras que el yogur de la Prueba 1 tenía un dulzor rico y un sabor rico.

Ejemplo de prueba 3: Producción de cremas batidas y evaluación

10 Producción de cremas batidas

Se produjeron cremas batidas utilizando los ingredientes en las composiciones de las Pruebas 1 a 3 indicadas en la tabla 10 siguiente. Las cantidades del material sólido del ejemplo 10 y de palatinosa fueron 1/0,45 veces superiores a la de sacarosa para proporcionar el mismo grado de dulzor entre las mismas. Cada sacárido se añadió a crema fresca y se batió mediante una batidora de mano. El batido se detuvo en el momento en que la crema se espesó.

Tabla 10

20 Tabla 10. Ingredientes y composición de crema batida

Composición (g)	Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3
Crema fresca	100	100	100
Material sólido del Ejemplo 10	16,67	-	-
Azúcar (azúcar en polvo, Mitsui Sugar Co., Ltd.)	-	7,5	-
Palatinosa (palatinosa ICP en polvo, Mitsui Sugar Co., Ltd.)	-	-	16,67

No se reconocieron diferencias de textura ni de sabor entre las cremas batidas de las Pruebas 1 a 3. Las cremas batidas de las Pruebas 1 y 3 se espumaron antes que la de la Prueba 2.

25 **Ejemplo de prueba 4: Producción de chocolate y evaluación**

Producción de chocolate

30 Se produjo chocolate usando los ingredientes en las composiciones de las Pruebas 1 a 3 indicadas en la tabla 11 siguiente. En las Pruebas 1 y 2, la mitad de la cantidad de azúcar de las composiciones de la Prueba 3 se reemplazó por material sólido del Ejemplo 10 o palatinosa para complementar el dulzor. El chocolate se produjo del modo siguiente. En primer lugar, el sacárido se trituró mediante una trituradora y se añadió a chocolate negro y se calentaron en un recipiente en agua caliente. Después de que se hubiera fundido el chocolate negro, los ingredientes se mezclaron bien a de 40 a 45 grados Celsius durante 5 minutos de modo que no permaneciera aire atrapado en el chocolate. Una vez el sacárido se hubo mezclado uniformemente, la mezcla se calentó a 56 grados Celsius y, después, se enfrió a 28 grados Celsius disponiendo el recipiente en agua fría. Después, la mezcla se calentó a 31 grados Celsius disponiendo el recipiente en agua caliente, se vertió en moldes y se enfrió para obtener chocolate.

40 Tabla 11

Tabla 11. Ingredientes y composiciones de chocolate

Composición (g)	Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3
Chocolate negro (86% de cacao)	40	40	40
Azúcar (azúcar GN granulada, Mitsui Sugar Co., Ltd.)	4,8	4,8	9,6
Material sólido del Ejemplo 10	4,8	-	-
Palatinosa (palatinosa IC cristalina, Mitsui Sugar Co., Ltd.)	-	4,8	-

45 Evaluación del sabor

En comparación con la Prueba 2, el chocolate de la Prueba 1 tenía un dulzor más rico y mejores olor y sabor. El chocolate de la Prueba 3 fue el más dulce y el de la Prueba 2 fue el menos dulce.

- 50 El chocolate de la Prueba 3 fue más amargo que los de las Pruebas 1 y 2. Debido a que el chocolate de la Prueba 2 era menos dulce, solo se sintió intensamente amargar. El chocolate de la Prueba 1 era muy dulce y amargo, y el

sabor del cacao se sentía bien.

Ejemplo de prueba 5: Producción de bizcochos de té verde molido y evaluación

5 Producción de bizcochos

Se produjeron bizcochos usando los ingredientes en las composiciones de las Pruebas 1 a 3 indicadas en la tabla 12 siguiente. En las Pruebas 1 y 2, la mitad de la cantidad del azúcar se reemplazó por material del Ejemplo 10 o palatinosa para complementar el dulzor. Los bizcochos se produjeron del modo siguiente. En primer lugar se mezclaron harina pastelera y té verde molido y se cribaron. Se fundió mantequilla. Se añadió sacárido a huevos completos y se batió durante 12 minutos mediante una batidora manual, manteniendo mientras la temperatura a 30 grados Celsius mediante calentamiento en un recipiente en agua caliente. Al huevo líquido batido y espumado se añadió la mezcla mencionada anteriormente de harina pastelera y té verde molido en tres porciones y se mezcló suavemente. Después se añadió la mantequilla fundida y se mezcló suavemente, pero sin amasar, para obtener una masa de bizcocho. La masa se vertió sobre papel de hornear en una bandeja y se horneó a 200 grados Celsius durante 15 minutos para obtener un bizcocho de té verde molido.

Tabla 12

20 Tabla 12. Ingredientes y composiciones de bizcochos de té verde molido

Composición (g)	Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3
Huevo completo	150	150	150
Azúcar (azúcar GN granulada, Mitsui Sugar Co., Ltd.)	45	45	90
Material sólido del Ejemplo 10	45	-	-
Palatinosa (palatinosa IC cristalina, Mitsui Sugar Co., Ltd.)	-	45	-
Harina pastelera	90	90	90
Té verde molido	10	10	10
Mantequilla exenta de sal	15	15	15

Entre los bizcochos de té verde molido producidos, el bizcocho de la Prueba 1 tenía un dulzor suave y un sabor ligero.

25 **Ejemplo de prueba 6: Producción de barras de chocolate (chocolate en forma de barra) y evaluación**

Producción de chocolate en forma de barra

30 Se produjeron chocolates con forma de barra usando en las composiciones de las Pruebas 1 a 3 los ingredientes indicados en la tabla 13 siguiente. En las Pruebas 1 y 2, la mitad de la cantidad del azúcar se reemplazó por materiales sólidos del Ejemplo 10 o palatinosa para complementar el dulzor. Los chocolates con forma de barra se produjeron del modo siguiente. En primer lugar, se amasó mantequilla hasta que se volvió cremosa, a la que se añadió sacárido y se mezcló. Se añadieron gradualmente huevos completos a la mezcla. Después, se añadió polvo cribado de una mezcla de harina, polvo de almendra y polvo de cacao para obtener una masa. La masa se dispuso estrujando una manga pastelera sobre una bandeja, se horneó a 170 grados Celsius durante 15 minutos para obtener chocolate en forma de barra.

Tabla 13

40 Tabla 13. Ingredientes y composiciones de barras de chocolate

Composición (g)	Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3
Harina pastelera	120	120	120
Mantequilla exenta de sal	120	120	120
Azúcar (azúcar GN granulada, Mitsui Sugar Co., Ltd.)	40	40	80
Material sólido del Ejemplo 10	40	-	-
Palatinosa (palatinosa IC cristalina, Mitsui Sugar Co., Ltd.)	-	40	-
Huevo completo	50	50	50
Almendra en polvo	30	30	30
Cacao en polvo	20	20	20
Agua	13,3	13,3	13,3

El chocolate de la Prueba 1 tenía un sabor menos ligero que el de la Prueba 2, pero tenía un sabor más ligero que el de la Prueba 3. El chocolate de la Prueba 1 era el más amargo.

Ejemplo de prueba 7: Producción de gelatinas de zanahoria y evaluación

Producción de gelatinas de zanahoria

Se produjeron gelatinas de zanahoria usando los ingredientes en las composiciones de las Pruebas 1 a 3 indicadas en la tabla 14 siguiente. Las gelatinas de zanahoria se produjeron del modo siguiente. En primer lugar, las zanahorias se cortaron a un tamaño apropiado y, después, se procesaron en un mezclador conjuntamente con agua y zumo de limón (15 segundos, 3 veces), para obtener zumo de zanahoria. Por separado, se mezclaron bien agente gelificante y el material sólido del Ejemplo 10, palatinosa o azúcar, y se añadieron al zumo de zanahoria en una cacerola, se mezclaron bien y se calentaron a ebullición durante 3 minutos. El líquido llevado a ebullición se vertió en un molde y se enfrió para obtener una gelatina de zanahoria.

Tabla 14

Tabla 14. Ingredientes y composiciones de gelatinas de zanahoria

Composición (g)	Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3
Zanahoria	100	100	100
Zumo de limón	15	15	15
Agua	250	250	250
Material sólido del Ejemplo 10	60	-	-
Palatinosa (palatinosa IC cristalina, Mitsui Sugar Co., Ltd.)	-	60	-
Azúcar (azúcar GN granulada, Mitsui Sugar Co., Ltd.)	-	-	60
Agente gelificante (WP-501, Mitsui Sugar Co., Ltd.)	4	4	4
Agua	13,3	13,3	13,3

Las gelatinas de las Pruebas 1 y 2 tenían menos olor herboso a zanahoria que la de la Prueba 3. Convencionalmente, se añade palatinosa para enmascarar el olor. Se demuestra que el material sólido del Ejemplo 10 logra un efecto enmascarador similar a la palatinosa.

Ejemplo de prueba 8: Producción de mermeladas de fresa y evaluación

Producción de mermeladas de fresa

Se produjeron mermeladas de fresa usando los ingredientes en las composiciones de las Pruebas 1 a 3 indicadas en la tabla 15 siguiente. Se varió la proporción de sacarosa del material sólido del ejemplo 10 para obtener una mermelada de fresa que tuviera un Brix de 60 grados y no tuviera cristales. Para evitar la formación de cristales, se añadió jarabe de trehalulosa (Mildear 75, Mitsui Sugar Co., Ltd.) en una cantidad de 20 partes en masa para un total de 100 partes en masa de la totalidad de sacáridos para cada prueba.

Tabla 15

Tabla 15. Ingredientes y composiciones de mermelada de fresa

Composición (g)	Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3
Fresas congeladas	200	200	200
Jarabe de trehalulosa	20	20	20
Azúcar	40	30	20
Material sólido del Ejemplo 10	40	50	60

Se formaron cristales en la mermelada de la Prueba 3 después de un almacenamiento de un mes en un refrigerador. No se formaron cristales en las mermeladas de las Pruebas 1 y 2 después de un almacenamiento de un mes en un refrigerador, ni incluso después de congelarlas durante tres días y descongelarlas subsiguientemente.

Con respecto al dulzor, la mermelada de la Prueba 3 no era tan dulce como la de la Prueba 1, pero era suficientemente dulce. Cuanta más cantidad del material sólido del ejemplo 10 contenía la mermelada, más ligero

era el dulzor y más fuerte el amargor de la mermelada. La mermelada de la Prueba 3 tenía un buen equilibrio entre el dulzor y el amargor, y proporcionaba un sabor a fresa fuerte.

Ejemplo de prueba 9: Producción de gomas de mascar y evaluación

5 Se produjeron gomas de mascar usando palatinosa o el material sólido del ejemplo 10. El procedimiento de producción fue el siguiente. En primer lugar, se añadieron 15 partes en masa de jarabe de maíz sacarificado enzimáticamente (KosoSyrup H85C, Brix de 85 grados, Nihon Cornstarch Corporation) a 30 partes en masa de una base de goma de mascar, y se amasó durante 5 minutos mediante una amasadora (Benchkneader PNV-1, IRIE SHOKAI Co., Ltd.) que se calentó a 45 grados Celsius. A la mezcla resultante se añadieron 54 partes en masa de palatinosa (palatinosa ICP en polvo, Mitsui Sugar Co., Ltd.) o del material sólido del Ejemplo 10 en varias porciones y, después, 1 parte en masa de glicerina (JUNSEI CHEMICAL CO., LTD., grado de aditivo alimentario) y se amasó durante 15 minutos. Después, se añadió 1 parte en masa de un aroma (aceite de menta, TAKATA KORYO CO., LTD.) a la mezcla y, después, se amasó durante 5 minutos. Después, el material amasado se enrolló en una goma en barra (espesor de 2 mm, anchura de 2 cm, longitud de 7 cm), utilizando palatinosa (palatinosa ICP en polvo, Mitsui Sugar Co., Ltd.) para evitar que el material se adhiriera, se envolvió con película de aluminio para obtener una goma de mascar.

20 Las gomas resultantes se examinaron una semana después de su producción. La goma de mascar producida con el material sólido del ejemplo 10 era más suave que la producida con palatinosa.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para producir un material sólido a partir de una solución de sacáridos que comprende isomaltulosa, en el que dicho material sólido comprende isomaltulosa en una cantidad de 70 a 90% en masa y trehalulosa en una cantidad de 8 a 25% en masa, en el que se somete una solución de sacarosa a la acción de una enzima que produce isomaltulosa a partir de sacarosa para preparar dicha solución de sacáridos que comprende isomaltulosa, caracterizado por que el procedimiento comprende las etapas;
- 10 provocar que la isomaltulosa cristalice para obtener unos cristales que presenten un diámetro medio de 5 a 60 μm en dicha solución de sacáridos, en el que el diámetro medio se determina mediante la medición de la distribución del tamaño de partícula por difracción láser, y
- 15 secar por pulverización la solución de sacáridos que contiene los cristales de isomaltulosa a una temperatura del aire de 50 a 95 grados Celsius para obtener dicho material sólido.
- 20 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que se ajusta un Brix de la solución de sacáridos a 50 a 80 grados antes de dicha cristalización.
3. Material sólido que comprende isomaltulosa en una cantidad de 70 a 90% en masa y trehalulosa en una cantidad de 8 a 25% en masa, en el que dicho material sólido se encuentra en una forma esférica y presenta un diámetro medio de 60 a 300 μm , como se ha determinado mediante medición de la distribución del tamaño de partícula por difracción láser.
4. Material sólido según la reivindicación 3, en el que la trehalulosa se encuentra envuelta en la isomaltosa sólida.

Fig. 1

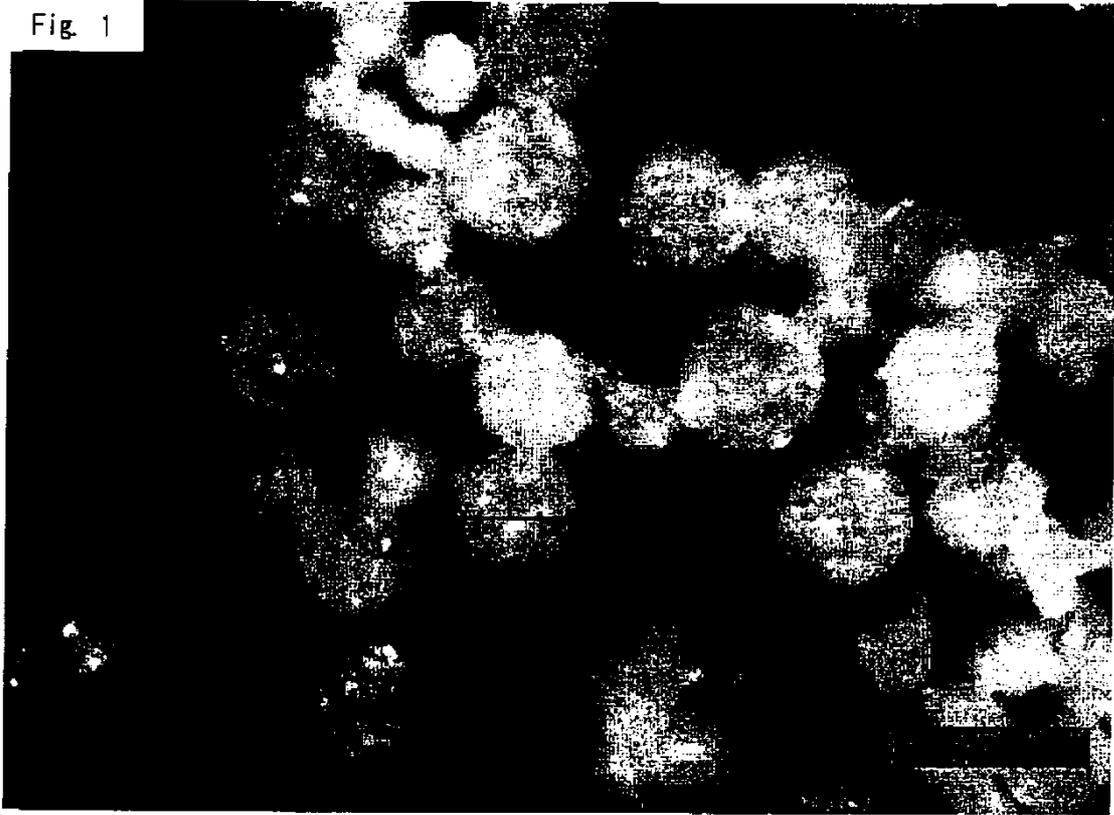


Fig. 2

