



NORGE

(19) [NO]

STYRET FOR DET
INDUSTRIELLE RETTSVERN

[B] (12) **UTLEGNINGSSKRIFT** (11) Nr. 166111

(51) Int. Cl.⁸ A 23 G 3/00, 3/30,
A 61 K 9/36

(83)

(21) Patentsøknad nr. **861681**
(22) Inngivelsesdag 29.04.86
(24) Lopedag 29.04.86
(62) Avdelt/utskilt fra søknad nr.

(71)(73) Søker/Patenthaver **ROQUETTE FRERES SA,**
F-62136 Lestrem, FR

(86) Internasjonal søknad nr. -
(86) Internasjonal inngivelsesdag -
(85) Videreforingsdag -
(41) Alment tilgjengelig fra 31.10.86
(44) Utlegningsdag 25.02.91
(72) Oppfinner **BERNHARD BOURSIER, Violaines,**
FR

(74) Fullmektig Siv.ing. Jan E. Helgerud,
Bryns Patentkontor A/S, Oslo.

(30) Prioritet begjært 30.04.85, FR, nr 8506579.

(54) Oppfinnelsens benevnelse **FREMGANGSMÅTE FOR FREMSTILLING AV ET KONFEKT-
ELLER FARMASIPRODUKT.**

(57) Sammendrag

Konfekt- eller farmasiprodukt med et belegg uten
sukker, fremstilt ved hårddragering idet belegget i
det vesentlige er krystallisert og omfatter minst
90 vekt-% maltitol.

(56) Anførte publikasjoner USA (US) patent nr. 4423086 (A61K 9/36).

Foreliggende oppfinnelse angår en fremgangsmåte for fremstilling av et konfekt- eller farmasiprodukt med et belegg uten sukker, oppnådd ved hårddragering.

5 Dragering av "hård" type skiller seg fra dragering av "myk" type i den forstand at materialet som utgjør belegget er krystallisert idet vannet inneholdt i materialet er fordampet.

10 Man kjenner allerede konfektprodukter og lignende, det vil si tyggegummier, drops og lignende, og produkter i form av tabletter eller sugeprodukter med et belegg uten sukker, oppnådd ved hårddragering.

15 I disse produkter er belegget uten sukker, oppnådd ved hårddragering, på basis av xylitol og, i mindre grad, på basis av mannitol.

20 I den senere tid har man tatt sikte på en hårddrageringsprosess som, mot alle odds, tar sikte på å realisere et belegg av angjeldende type på basis av sorbitol.

25 Fremgangsmåten og det resulterende produkt gir et godt resultat men, på grunn av de stadige strengere krav fra industrien til belagte produkter der belegget er uten sukker, oppnådd ved dragering, har man fortsatt sin forskning og har funnet at det er mulig å oppnå et belegg av angjeldende type på basis av maltitol.

30 I henhold til dette angår foreliggende oppfinnelse en fremgangsmåte av den innledningsvis nevnte art og denne fremgangsmåte karakteriseres ved at en maltitolsirup med

- et maltitolinnhold på over 92 %, fortrinnsvis over 95 % og helst over 96 %, beregnet på tørrstoff,
- 35 - et tørrstoffmengde på 50-70 vekt-% og fortrinnsvis 55-65 vekt-%, og
- ved en temperatur under 70°C og fortrinnsvis 45-65°C,

166111

2

- 5 - påføres på et sjikt i bevegelse med kjerner som skal drageres, der temperaturen i kjernesjiktet i bevegelse er under 55°C og fortrinnsvis 20-40°C, hvorved totaliteten av betingelser velges innefor de gitte områder på en slik måte at når maltitolsirupen kommer i kontakt med kjernene som skal drageres, det vil si ved den temperatur som hersker i sjiktet av kjerner i bevegelse, har den et metningsnivå på 0,70-0,90 og fortrinnsvis 0,75-0,95.

10 Det faktum at det totale av disse betingelser, valgt som antydnet, fører til et hårddrageringsbelegg på basis av maltitol med tilfredsstillende kvalitet er om så mere uventet da, i motsetning til det som skjer når det gjelder hårddragering med sakkarose, et disakkarid som maltitol og
15 beslektede forbindelser når det gjelder tallrike andre anvendelsesområder, overmetningen som oppstår ved disse betingelser ikke er høy, mens man normalt skulle forvente at den nødvendige overmetning for å oppnå en hårddragering av god kvalitet er den samme for de to angjeldende disakkarider.

20 Det skal påpekes at med uttrykket "metningsnivå" menes forholdet ved en gitt temperatur mellom sirupkonsentrasjonen uttrykt i gram maltitol pr. 100 cm³ vann og oppløselighetsgrensen for maltitol ved den gitte temperatur, likeledes
25 uttrykt i gram maltitol pr. 100 cm³ vann.

I tabell I vises verdiene for oppløselighetsgrensen for maltitol uttrykt i gram pr. 100 cm³ for noen temperaturer.

30

35

TABELL I

Temperatur, °C	Oppløselighetsgrense (uttrykt i g/100 cm ³)
20	153
25	170
30	181
35	193
40	210
45	226
50	241

Oppfinnelsen vil forståes bedre ut fra den følgende beskrivelse og de ledsagende eksempler som viser fordelaktige utførelsesformer.

Den angår som nevnt fremstilling av drageringsprodukter og man kan arbeide som antydnet nedenfor eller på tilsvarende måte.

Kjernen som skal drageres eventuelt, "uten sukker", holdes i et hvirvelsjikt i en dreiebeholder av konvensjonell type, utstyrt med en kontrollanordning for den indre temperatur.

Man påfører, for eksempel ved forstøvning, på massen av kjerner i bevegelse, en maltitolsirup hvis temperatur er under 70°C og fortrinnsvis 45 til 65°C.

Maltitolsirupen som benyttes har en tørrstoff-konsentrasjon på 50 til 70 vekt-% og fortrinnsvis 55 til 65 vekt-%.

Sirupens maltitolinnhold er over 92% og fortrinnsvis 95%, helst over 96%, beregnet på vektbasis av tørrstoffinnholdet.

Temperaturen i hvirvelsjiktet av kjerner holdes ved en verdi under 55°C og fortrinnsvis 20 til 40°C.

166111

4

Man velger konsentrasjonen av tørrstoffer i maltitolsirupen og temperaturen i kjernesjiktet innefor de gitte rammer på en slik måte at når maltitolsirupen kommer i kontakt med kjernene som skal omhylles, har denne et metningsnivå på 0,70 til 0,90 og fortrinnsvis 0,75 til 0,90.

Et eksempel på maltitolsirup som gir tilfredsstillende resultater har følgende sammensetning:

maltitol	:	97,1 vekt-%
sorbitol	:	1,1 vekt-%
maltotriitol	:	1,8 vekt-%

Omhyllingen skjer ved etter hverandre følgende cykler der hver omfatter en første tilsetningsfase av maltitolsirup til sjiktet av kjerner og en andre fase i løpet av hvilken man stanser enhver tilsetning mens man opprettholder rotasjonen av sjiktet og temperaturen i kjernemassen, omhyllingen rundt kjernene tørkes og poleres i løpet av denne fase.

Tykkelsen av omhyllingen velges som funksjon av kjernen som skal drageres eller de søkte virkninger.

For å oppnå dette idéer kan man realisere et belegg med en tykkelse for eksempel på 0,5 mm ved etter hverandre å gjennomføre 15 til 30 tilsetninger, noe som, tatt i betraktning av varigheten av en tilsetning og tidsrommet som skiller slutten av en tilsetning og begynnelsen av den neste, fører til en total varighet for drageringsoperasjonen i størrelsesorden 3 til 7 timer.

Midlene for å opprettholde temperaturen i kjernemassen i bevegelse på det ønskede nivå kan bestå av en anordning for blåsing av varmluft med regulert temperatur. Takket være betingelsene som benyttes ifølge oppfinnelsen kan man oppnå en glatt og regulær overflate.

Drageringsproduktene som oppnås på denne måte oppviser i forhold til drageringsprodukter oppnådd ved hårde drageringsprosesser for belegg uten sukker og av den kjente teknikk, spesielt på basis av sorbitol, følgende fordeler:

- de har et utseende som er optisk tiltrekkende,
- de har en søtere smak, og
- de er mere sprø og knasende.

For å optimalisere resultatene foretrekker man å påføre på de behandlede kjerner og før den egentlige dragering, et gummisjikt som for eksempel kan være på basis av gummi arabicum, gelatin eller et ekvivalent produkt.

Det er mulig til maltitolssirupen som benyttes å tilsette diverse additiver som farvestoffer, aromastoffer eller midler som forbedrer overflatetilstanden som bivoks eller karnaubavoks.

Blant additivene kan man nevnte titandioksyd, blant aromastoffer for eksempel mentol, appelsin eller citron.

I valget av produkter med kjernene som skal drageres, kan man, for de belegg som påføres er "uten sukker", velge mellom "ikke sukker"-produkter, spesielt på basis av sorbitol, xylitol, mannitol, maltitol og hydrogenerte glykosesiruper av typen "Lycasin".

Når kjernen som skal drageres inneholder et fermenterbart sukker svekker belegget som oppnås ifølge oppfinnelsen den kariogene karakteren totalt og gir det generelt de kvaliteter som er inherente for maltitol.

Drageringsproduktene ifølge oppfinnelsen kan oppvise en glatt overflate i det vesentlige fri for feil og krystallinske områder gjennom hele omhyllingstykkelsen, belegget er stabilt, selv i atmosfærer med forhøyet fuktighet og det oppviser videre en meget behagelig søt smak.

166111

6

I de følgende eksempler vises:

- fremstilling av en tyggegummi dragert ifølge oppfinnelsen og i denne henseende, bestemmelsen av de optimale betingelser for hårddragering ved hjelp av maltitol,
- 5 - fremstilling ifølge oppfinnelsen av et dragert konfektprodukt av typen "pressprodukt",
- fremstilling av en søtdrops av typen "uten sukker", dragert ifølge oppfinnelsen.

10 EKSEMPEL 1

Hårddragering med maltitol av en tyggegummi av typen "uten sukker".

15 Sammensetningen av tyggegummiplatene som benyttes for eksempelet her som følger:

- 28 vekt-deler av en gummibasis bestående av den kommersielt tilgjengelige "Extra Paloja",
- 20 vekt-deler av en hydrogenert glykosesirup (konsentrert til 85% tørrstoffer), av kommersiell type "Lycasin" 80/55,
- 20 - 50,8 vekt-deler sorbitolpulver av kommersiell type "Neosorb P60",
- 1,2 vekt-deler aromastoffer og farvestoffer.

25 Disse plater fremstilles ved en driftssekvens som antydnet nedenfor:

- etter gjenoppvarming til 75°C blir basisgummien malt i en "Kustner"-apparat utstyrt med varmluftsirkulasjon, i nærvær av den flytende fase som utgjøres av den hydrogenerte glykosesirup; i løpet av dette trinn blir den
- 30 faste fase bestående av sorbitolpulvere progressivt tilsatt i små mengder; man innarbeider tilslutt aromastoffer og farvestoffer,
- etter pulvertilsetning av mannitolpastaen gjennomføres laminering av pastaen og dennes oppskjæring i "puter" av
- 35 rektangulær form og med en midlere nominell vekt på 0,90 g.

Man anbringer 500 g av disse puter i en laboratoriedrageringsinnretning av kommersielt tilgjengelig type "Lilliput", utstyrt med en luftblåseanordning som tillater å opprettholde konstant temperatur i sjiktet, samt en termosonde anbragt i sjiktet.

Drageringsapparatet settes i en rotasjonshastighet mellom 22 og 25 omdr./min.

Omhyllingssirupen på basis av maltitol holdes ved en konstant temperatur i et termoregulert bad og tilsettes i suksessive charger (cykler) på 13 til 30 g sirup idet tilføringen skjer i noen sekunder hvert tredje til syvende minutt. Denne tid som skiller slutten av en tilføring med begynnelsen av den neste, tillater å realisere krystallisering av maltitolen og fordamping av vann.

Maltitolsirupen som benyttes for omhyllingen består i det vesentlige av maltitol og en viss mengde sorbitol og maltotriitol.

Før man ved fire serier suksessive forsøk bestemmer seg for de optimale driftsbetingelser for hårddrageringen med maltitol ifølge oppfinnelsen, gjennomføres to sammenligningsforsøk bestående i å arbeide under hårddrageringsbetingelser for sakkarose og sorbitol.

a) Sammenligningseksempler

Maltitolsirupen som benyttes har et innhold på 95% maltitol, 1,6% sorbitol og 3,4% maltotriitol.

Betingelsene for det første sammenligningsforsøk (den til hårddragering med sakkarose) og det andre forsøk (hårddragering med sorbitol) samt de oppnådde resultater, angis i tabell II.

166111

8

TABELL II

Forsøk nr.	1	2
sirupinnholdet	95%	95%
5 tørrstoff i sirupen	80%	70%
temperaturen i det bevegelige sjikt	30°C	30°C
10 temperatur i sirupen	80°C	40°C
antall cykler	10-15	10-15
omtrentlig vekt av benyttet sirup i gram	180	180

15

I disse to tilfeller er de dragerte produkter som oppnås ikke tilfredsstillende, de har meget utpregede overflatefeil og oppviser en meget langsom irregulær krystallisering, noe som viser at det ikke er mulig å oppnå en hårddragering med maltitol som oppfyller kravene i praksis ved ganske enkel og på i og for seg logisk måte å benytte de kjente betingelser for hårddragering med sakkarose.

20

25 b) Forsøk gjennomført for å bestemme de optimale betingelser når det gjelder maltitolinnholdet i den benyttede sirup.

25

Ved hjelp av fire maltitolsiruper med forskjellige innhold gjennomføres det under betingelser som er identiske og ved hjelp av en apparatur som beskrevet ovenfor, forsøk 3 til 6 der betingelser og resultater er angitt i tabell III.

30

Linjen som er reservert bedømmelse tillater ved hjelp av de følgende symboler å definere kvaliteten til den oppnådde dragering:

35

166111

9

	dårlig	ooo
	meget mangelfull	oo
	mangelfull	o
5	aksepterbar	x
	god	xx
	meget god	xxx

De fire maltitolsiruper som benyttes har 60% tørrstoff og oppviser et maltitolinnhold på henholdsvis 92, 95, 96 og 97%.

TABELL III

	Forsøk nr.	1	2	3	4
15	sirupinnholdet	92%	95%	96%	97%
	tørrstoff i sirupen	60%	60%	60%	60%
20	temperaturen i det bevegelige sjikt	30°C	30°C	30°C	30°C
	temperatur i sirupen	50°C	50°C	50°C	50°C
25	antall cykler	10-15	10-15	10-15	10-15
	benyttet vekt-mengde sirup	250g	250g	250g	250g
	metningsnivå	0,76	0,79	0,80	0,83
30	bedømmelse	oo	o	xx	xxx

Man fastslår at ved 96 og 97% innhold er de oppnådde drageringsresultater absolutt riktige, krystalliseringen av maltitol er gjennomført på en meget regulær måte og nødvendigvis kun en noe høyere tørketemperatur enn tilfelle er med

166111

10

sirupen med 96% innhold. De tilsvarende produkter oppviser en behagelig sprøhet og søtsmak.

For sirupene med innhold på 95 og 92% har tyggegummiene en tendens til å klebe seg sammen, krystalliseringen er vanskelig og tørketiden er lang, feil som aksentueres når det gjelder 92%-sirupen.

c) Forsøk gjennomført med henblikk på å bestemme optimale betingelser for tørrstoffmengden i de benyttede siruper.

En sirup med et innhold på 97% maltitol prøves for seks forskjellige tørrstoffinnhold, nemlig 45, 50, 55, 60, 65 og 70%, gjengitt i forsøkene 7 til 12.

Betingelser og resultater av disse prøver er angitt i tabell IV.

TABELL IV

Forsøk nr.	7	8	9	10	11	12
sirupinnhold	97%	97%	97%	97%	97%	97%
tørrstoff i sirupen	45%	50%	55%	60%	65%	70%
antall cykler 10-15	10-15	10-15	10-15	10-15	10-15	10-15
benyttet vekt-mengde sirup	333g	300g	275g	250g	230g	214g
metningsnivå	0,44	0,53	0,80	0,83	0,99	1,25
bedømmelse	o	x	xx	xxx	x	oo

Man oppnår gode resultater for tørrstoffmengder på 50 til 65% og meget gode resultater for tørrstoffmengder på 55 og 60%.

Utover 65% er krystalliseringen irregulær og overflatefeilene åpenbare; under 50% kleber tyggegummiene og tørketidene blir lange.

d) Forsøk gjennomført med henblikk på å bestemme de optimale betingelser ut fra den temperatur som hersker i det bevegede kjernesikt.

Man benytter maltitolsirup med 60% tørrstoff og et 97%-ig innhold av maltitol.

I de 6 forsøkene 13 til 18 som gjennomføres med denne sirup, gjennomføres drageringen ved forskjellige temperaturer i sjiktet i bevegelse, idet sirupstilmatningen holdes på 50°C. Betingelser og resultater er angitt i tabell V.

TABELL V

Forsøk nr.	13	14	15	16	17	18
sjikt temperatur	10°C	15°C	20°C	30°C	40°C	50°C
antall cykler	10-15	10-15	10-15	10-15	10-15	10-15
benyttet sirups- mengde	250g	250g	250g	250g	250g	250g
metningsnivå	1,07	1	0,95	0,81	0,69	0,60
bedømmelse	oo	o	x	xxx	xx	o

Ved en undersøkelse av disse resultater fremgår det at man bør holde sjikttemperaturen mellom 20 og 40°C.

166111.

12

Under disse betingelser oppviser de oppnådde produkter en god krystallinitet i sjiktet samt en udmerket stabilitet ved lagring.

5 På grunn av mykning av tyggegummiutene har man ikke kunnet gjennomføre noen forsøk ved temperaturer over 50°C.

e) Forsøk gjennomført med henblikk på å bestemme optimale betingelser ut fra siruptemperaturen.

10 Man gjennomfører seks forsøk (19 til 24) ved å benytte sirupen fra forsøkene 13 til 18 men der temperaturen i sjiktet holdes på 30°C.

15 De andre forsøksparametere og resultatene som oppnås er angitt i tabell VI.

TABELL VI

	Forsøk nr.	13	14	15	16	17	8
20	temperatur i sjiktet	10°C	15°C	20°C	30°C	40°C	50°C
	Antall cykler	10-15	10-15	10-15	10-15	10-15	10-15
25	omtrentlig vekt av benyttet sirup i gram	250g	250g	250g	250g	250g	250g
	metningsnivå	1,07	1	0,95	0,81	0,69	0,60
30	bedømmelse	oo	o	x	xxx	xx	o

35 Ut fra disse resultater fastslår man at det er fordelaktig å arbeide under betingelser som gir en maltitolsirup som holdes på en temperatur på 45 til 60°C.

Ut over 60°C og efter tilførsel av sirupen i det første trinn kleber tyggegummene seg sammen og det oppstår en hurtig men irregulær krystallisering, under 40°C er fordelingen av det krystallinske sjikt mindre god og tørketiden øker merkbart.

5

En undersøkelse av alle disse resultater oppnådd i forsøkene 3 til 24 viser at for å oppnå en kvalitetsdragering må man arbeide ved et metningsnivå på 0,7 til 0,9.

10

EKSEMPEL 2

Hårddragering av pressprodukter.

Kjernene som skal drageres fremstilles ved hjelp av en kommersiell høytydelsesrotasjonspresse av typen "P 1000".

15

Produktet som benyttes består av puddersorbitol av typen "Neosorb" 20/60, mentolaromatisert og inneholdende 0,3 vekt-% av et smøremiddel bestående av magnesiumstearat.

20

Pressproduktene av sorbitol fremstilt på denne måte med en midlere vekt på 0,5 g, er runde og bikonkave.

Man benytter 500g.

25

Drageringen gjennomføres ved hjelp av en apparatur som benyttet tidligere for dragering av tyggegummier, man benytter hver gang 10-15 tilsetninger i 10 minutters avstand med 15 g maltitol.

30

Som resultatene viser fra de 10 forsøkene 25 til 34, gjennomført med pressproduktene og sammensatt i tabell 7, gir drageringen pressprodukter med god kvalitet når man opprettholder metningsnivåbetingelsene som er fastslått for dragering av tyggegummi.

35

Produktene som oppnås oppviser en god krystallinitet av sjiktet, en god lagringsstabilitet og en viss sprøhet ved spising.

166111

14

TABELL VII

Forsøk nr.	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34
5 sirup- innhold	97%	97%	97%	97%	97%	97%	97%	97%	97%	97%
tørrestoff i sirupen	45%	60%	55%	60%	60%	50%	45%	60%	60%	60%
temperatur i sjiktet	30°C	30°C	30°C	30°C	40°C	30°C	30°C	30°C	50°C	60°C
10 metningsnivå	0,44	0,83	0,8	0,8	0,69	0,53	0,44	0,76	0,60	0,48
bedømmelse	0	xxx	xxx	xx	xx	x	0	00	0	000

EKSEMPEL 3

15 Dragering av "sukkerdekkede" sukkertøy av typen "uten
sukker". Man fremstiller sukkerdekkede sukkertøy ved
omhylling helt til et restfuktighetsinnhold på 0,5% av et
hydrogenert stivelseshydrolysat av kommersiell type "Lycasin"
20 80/55.

Disse sukkertøy er gitt formen av sfærer med en midlere
diameter på 1,5 cm og en midlere vekt på 0,9g.

25 For dragering benyttes det materiell og de betingelser som er
beskrevet ovenfor. Sjikttemperaturen i alle tilfeller holdes
på en verdi under eller høyt lik 60°C, denne verdi bestemmes
av materialet som utgjør kjernene.

30 Sirup med et innhold på 97% maltitol tilsettes i 10-15
omganger, hver gang 13 g hvert tiende minutt, til en mengde
på 500 g sukkertøy.

35 Det ble gjennomført 4 forsøk 35 til 38 og betingelsene og
resultatene er angitt i tabell 8 som bekrefter at det er
mulig å gjennomføre dragering med maltitol på sukkertøy ved

166111

15

arbeidsbetingelser, med betingelser for metningsnivå oppnådd
som under tyggegummier og pressprodukter.

TABELL VIII

5	Forsøk nr.	35	37	38	39
	tørrstoff i sirupen	70%	60%	55%	50%
10	Temperatur i sjiktet	30°C	40°C	30°C	30°C
	temperatur i sirupen	50°C	50°C	50°C	50°C
15	metningsnivå	1,25	0,69	0,8	0,53
	bedømmelse	o	xx	xxx	x
20					

25

30

35

166111

16

P a t e n t k r a v

Fremgangsmåte for fremstilling av et konfekt- eller farmasi-
produkt med et belegg uten sukker, oppnådd ved hårddragering,
k a r a k t e r i s e r t v e d at en maltitolsirup med

- et maltitolinnhold på over 92 %, fortrinnsvis over 95 % og
helst over 96 %, beregnet på tørrstoff,
- et tørrstoffmengde på 50-70 vekt-% og fortrinnsvis 55-65
vekt-%, og
- ved en temperatur under 70°C og fortrinnsvis 45-65°C,
- påføres på et sjikt i bevegelse med kjerner som skal
drageres, der temperaturen i kjernesjiktet i bevegelse er
under 55°C og fortrinnsvis 20-40°C, hvorved totaliteten av
betingelser velges innefor de gitte områder på en slik
måte at når maltitolsirupen kommer i kontakt med kjernene
som skal drageres, det vil si ved den temperatur som
hersker i sjiktet av kjerner i bevegelse, har den et
metningsnivå på 0,70-0,90 og fortrinnsvis 0,75-0,95.