



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101990426 B

(45) 授权公告日 2013. 07. 24

(21) 申请号 200980112870. 5

A23L 1/236(2006. 01)

(22) 申请日 2009. 04. 07

(56) 对比文件

(30) 优先权数据

0852352 2008. 04. 08 FR

CN 1891299 A, 2007. 01. 10, 表 1, 表 6, 说明书第 3 液第 27 行 - 第 5 页第 2 行 .

(85) PCT 申请进入国家阶段日

2010. 10. 08

CN 1150432 A, 1997. 05. 21, 说明书第 1 页第 1 行 - 第 12 页第 9 行 .

(86) PCT 申请的申请数据

PCT/FR2009/050591 2009. 04. 07

CN 1148046 A, 1997. 04. 23, 说明书第 1 页第 1 行 - 第 31 页第 20 行 .

(87) PCT 申请的公布数据

W02009/136056 FR 2009. 11. 12

CN 1662547 A, 2005. 08. 31, 说明书第 1 页第 1 行 - 第 7 页第 26 行 .

(73) 专利权人 罗盖特公司

地址 法国莱斯特瑞姆

US 2004052897 A1, 2004. 03. 18, 实施例 3, 说明书第 42 段 .

(72) 发明人 菲利普·勒菲弗 若泽·利斯

纪尧姆·里巴多 - 迪马

EP 0662285 A1, 1995. 07. 12, 说明书第 7 页第 25-29 行 .

审查员 赵保忠

(74) 专利代理机构 北京市金杜律师事务所

11256

代理人 郑立柱

(51) Int. Cl.

A61K 9/14(2006. 01)

权利要求书4页 说明书10页

(54) 发明名称

高流动性并且不结块的粉状结晶麦芽糖醇组合物

(57) 摘要

本发明涉及一种粉状结晶麦芽糖醇组合物, 其特征在于:它具有在 10 μ m 与 150 μ m 之间的激光体积平均直径;在于:它具有按重量计在 80% 与 99. 9%之间的麦芽糖醇含量;在于:根据一个测试 A1, 其颗粒的按重量计至少 50%流经一个具有 2000 μ m 截取阈值的筛子;在于:根据一个测试 A2, 其颗粒的按重量计至少 35%流经一个具有 2000 μ m 截取阈值的筛子;并且在于:它包括按重量计从 0. 1%到 20%的至少一种不溶于水的防结块剂, 所述防结块剂具有根据测试 B 测定的在 2. 5%与 25%之间的吸湿度。这种组合物不易发生结块, 并且在食品和药物领域中找到应用。

CN 101990426 B

1. 粉状结晶麦芽糖醇组合物,其特征在于:

- 它具有在 $10\ \mu\text{m}$ 与 $150\ \mu\text{m}$ 之间的激光体积平均直径;
- 它具有在 80wt% 与 99.9wt% 之间的麦芽糖醇含量;
- 根据一个测试 A1,其颗粒的至少 50wt% 流经一个具有 $2000\ \mu\text{m}$ 截取阈值的筛子;
- 根据一个测试 A2,其颗粒的至少 35wt% 流经一个具有 $2000\ \mu\text{m}$ 截取阈值的筛子;
- 它包括从 0.3wt% 到 20wt% 的选自气相白炭黑、铝硅酸钠和无水磷酸三钙的至少一种

不溶于水的防结块剂,或 0.5wt% 到 20wt% 的选自脱水马铃薯淀粉的防结块剂;所述防结块剂具有根据测试 B 测定的在 2.5% 与 25% 之间的吸湿度;

其中所述麦芽糖醇和防结块剂的重量百分比之和小于或等于 100%;

其中测试 A1 由以下步骤组成:

- 提供内部尺寸为 $10\text{cm}\times 5\text{cm}$ 的低密度聚乙烯小袋,它是通过对具有 $100\ \mu\text{m}$ 的厚度的低密度聚乙烯薄膜沿着三个边热封而获得的;

- 向这些小袋中引入 100g 的待测试的粉末,然后将这些小袋进行气密性的热封;
- 将这些小袋在一个气候室中分开地平放;
- 在 7 天内,这些小袋经历一系列循环:
- 在 23°C 下在 83% 的相对湿度中 3.5 小时;
- 0.5 小时的转变;
- 在 40°C 下在 92% 的相对湿度中 3.5 小时;以及
- 0.5 小时的转变;

- 在这 7 天结束时,将这些小袋打开并且倾倒在具有 $2000\ \mu\text{m}$ 筛目的筛子上,在其商标为 FRITSCHTMPulverisette 型 00.502 的支持件上振动 10 秒;其中振动的振幅设置为 5 并且是稳定的;

- 测定通过该 $2000\ \mu\text{m}$ 筛子的颗粒的重量百分比;

其中测试 A2 由以下步骤组成:

- 提供内部尺寸为 $10\text{cm}\times 5\text{cm}$ 的低密度聚乙烯小袋,它是通过对具有 $100\ \mu\text{m}$ 的厚度的低密度聚乙烯薄膜沿着三个边热封而获得的;

- 向这些小袋中引入 100g 的待测试的粉末,然后将这些小袋进行气密性的热封;

- 将这些小袋在一个气候室中分开地平放,将 2kg 的重量放置在这些小袋上,这对应于 $400\text{kg}/\text{m}^2$ 的压力;

- 在 7 天内,这些小袋经历一系列循环:
- 在 23°C 下在 83% 的相对湿度中 3.5 小时;
- 0.5 小时的转变;
- 在 40°C 下在 92% 的相对湿度中 3.5 小时;以及
- 0.5 小时的转变;

- 在这 7 天结束时,将这些小袋打开并且倾倒在具有 $2000\ \mu\text{m}$ 筛目的筛子上,在其商标为 FRITSCHTMPulverisette 型 00.502 的支持件上振动 10 秒;其中振动的振幅设置为 5 并且是稳定的;

- 测定通过该 $2000\ \mu\text{m}$ 筛子的颗粒的重量百分比;

其中测试 B 在于在使防结块剂在由 Surface Measurement SystemsTM 制造的设备、并且

被称为 Dynamic Vapour Sorption Series 1 中在 20°C 下经受相对湿度的周期时对防结块剂重量上的相对变化进行评估,所述设备包括一种示差微量天平,它使之有可能在使一种样品经受不同的气候条件时将这种样品相对于一种参比物的重量变化进行量化,其中该示差天平的参比托架是空的,其中

- 载气是氮气,并且该样品的重量是小于 10mg ;
- 在 20°C 的恒温下,测试的防结块剂经历以下相对湿度周期 :
- 在 20% 的相对湿度下 5 小时,
- 30 分钟内从 20% 爬升至 70% 的相对湿度,
- 在 70% 的相对湿度下保持 5 小时,
- 30 分钟内从 70% 爬升至 80% 的相对湿度,以及
- 在 80% 的相对湿度下保持 5 小时 ;
- 通过以下方程式测定在 80% 的相对湿度下的吸湿度 : $(m_{80}-m_{20})/m_{20}\times 100$, 以 % 表示,

其中 m_{20} 是在 20% 的相对湿度下 5 小时结束时该样品的质量,并且 m_{80} 是在 80% 的相对湿度下 5 小时结束时该样品的质量。

2. 根据权利要求 1 所述的组合物,其特征在于该防结块剂具有低于 100 μm 的激光体积平均直径。

3. 根据权利要求 1 和 2 之一所述的组合物,其特征在于它具有在 50 μm 与 90 μm 之间的激光体积平均直径。

4. 根据权利要求 3 所述的组合物,其特征在于它具有在 60 μm 与 80 μm 之间的激光体积平均直径。

5. 根据权利要求 1 和 2 之一所述的组合物,其特征在于它具有在 15 μm 与 50 μm 之间的激光体积平均直径。

6. 根据权利要求 5 所述的组合物,其特征在于它具有在 20 μm 与 40 μm 之间的激光体积平均直径。

7. 根据权利要求 1 和 2 之一所述的组合物,其特征在于它能够通过将以下各项进行混合而获得 :

- 具有在 10 μm 与 150 μm 之间的激光体积平均直径的结晶麦芽糖醇 ;以及
- 至少一种不溶于水的防结块剂,所述防结块剂具有根据测试 B 测定的在 2.5wt% 和 25wt% 之间的吸湿度 ;

其中测试 B 在于在使防结块剂在由 Surface Measurement Systems™ 制造的设备、并且被称为 Dynamic Vapour Sorption Series 1 中在 20°C 下经受相对湿度的周期时对防结块剂重量上的相对变化进行评估,所述设备包括一种示差微量天平,它使之有可能在使一种样品经受不同的气候条件时将这种样品相对于一种参比物的重量变化进行量化,其中该示差天平的参比托架是空的,其中

- 载气是氮气,并且该样品的重量是小于 10mg ;
- 在 20°C 的恒温下,测试的防结块剂经历以下相对湿度周期 :
- 在 20% 的相对湿度下 5 小时,
- 30 分钟内从 20% 爬升至 70% 的相对湿度,
- 在 70% 的相对湿度下保持 5 小时,

-30 分钟内从 70% 爬升至 80% 的相对湿度, 以及

- 在 80% 的相对湿度下保持 5 小时;
- 通过以下方程式测定在 80% 的相对湿度下的吸湿度: $(m_{80}-m_{20})/m_{20}\times 100$, 以 % 表示, 其中 m_{20} 是在 20% 的相对湿度下 5 小时结束时该样品的质量, 并且 m_{80} 是在 80% 的相对湿度下 5 小时结束时该样品的质量。

8. 根据权利要求 7 所述的组合物, 其特征在于所述防结块剂具有低于 100 μm 的激光体积平均直径。

9. 根据权利要求 7 所述的组合物, 其特征在于该结晶麦芽糖醇具有在 50 μm 与 90 μm 之间的激光体积平均直径。

10. 根据权利要求 9 所述的组合物, 其特征在于该结晶麦芽糖醇具有在 60 μm 与 80 μm 之间的激光体积平均直径。

11. 根据权利要求 7 所述的组合物, 其特征在于该结晶麦芽糖醇具有在 15 μm 与 50 μm 之间的激光体积平均直径。

12. 根据权利要求 11 所述的组合物, 其特征在于该结晶麦芽糖醇具有在 20 μm 与 40 μm 之间的激光体积平均直径。

13. 根据权利要求 1 所述的组合物, 其特征在于该脱水马铃薯淀粉是具有小于 12% 的残余水的脱水马铃薯淀粉。

14. 根据权利要求 13 所述的组合物, 其特征在于该脱水马铃薯淀粉是具有小于 10% 的残余水的脱水马铃薯淀粉。

15. 根据权利要求 13 所述的组合物, 其特征在于该脱水马铃薯淀粉是具有小于 8% 的残余水的脱水马铃薯淀粉。

16. 根据权利要求 13 所述的组合物, 其特征在于该脱水马铃薯淀粉是具有小于 6% 的残余水的脱水马铃薯淀粉。

17. 根据权利要求 1 所述的组合物, 其特征在于它包括从 0.3wt% 到 3wt% 的气相白炭黑或铝硅酸钠。

18. 根据权利要求 17 所述的组合物, 其特征在于它包括从 0.5wt% 到 2wt% 的气相白炭黑或铝硅酸钠。

19. 根据权利要求 1 所述的组合物, 其特征在于它包括从 0.3wt% 到 3wt% 的无水磷酸三钙。

20. 根据权利要求 19 所述的组合物, 其特征在于它包括 2wt% 的无水磷酸三钙。

21. 根据权利要求 1 所述的组合物, 其特征在于它包括从 0.5wt% 到 2wt% 的具有 6% 的残余水的脱水淀粉。

22. 根据权利要求 21 所述的组合物, 其特征在于它包括 5wt% 的具有 6% 的残余水的脱水淀粉。

23. 选自气相白炭黑、铝硅酸钠、无水磷酸三钙和脱水马铃薯淀粉的至少一种不溶于水防结块剂用于制备一种粉状结晶麦芽糖醇组合物的用途, 该防结块剂具有根据测试 B 测定的在 2.5% 与 25% 之间的吸湿度;

其中测试 B 在于在使防结块剂在由 Surface Measurement Systems™ 制造的设备、并且被称为 Dynamic Vapour Sorption Series 1 中在 20°C 下经受相对湿度的周期时对防结块

剂重量上的相对变化进行评估,所述设备包括一种示差微量天平,它使之有可能在使一种样品经受不同的气候条件时将这种样品相对于一种参比物的重量变化进行量化,其中该示差天平的参比托架是空的,其中

- 载气是氮气,并且该样品的重量是小于 10mg ;
- 在 20℃ 的恒温下,测试的防结块剂经历以下相对湿度周期 :
- 在 20% 的相对湿度下 5 小时,
- 30 分钟内从 20% 爬升至 70% 的相对湿度,
- 在 70% 的相对湿度下保持 5 小时,
- 30 分钟内从 70% 爬升至 80% 的相对湿度,以及
- 在 80% 的相对湿度下保持 5 小时 ;

- 通过以下方程式测定在 80% 的相对湿度下的吸湿度 : $(m_{80}-m_{20})/m_{20} \times 100$, 以 % 表示, 其中 m_{20} 是在 20% 的相对湿度下 5 小时结束时该样品的质量, 并且 m_{80} 是在 80% 的相对湿度下 5 小时结束时该样品的质量。

24. 根据权利要求 23 所述的用途,其特征在于该防结块剂具有低于 100 μ m 的激光体积平均直径。

25. 根据权利要求 1 至 22 中任何一项所述的组合物用于填充柔性容器的用途。

26. 根据权利要求 1 至 22 中任何一项所述组合物的用途,用于食品组合物的制备 ;和 / 或用于药物组合物的制备。

27. 根据权利要求 26 所述的用途,其特征在于所述食品组合物为甜食。

28. 根据权利要求 27 所述的用途,其特征在于所述甜食选自口香糖、巧克力、餐桌增甜剂、饼干、冰淇淋、粉末饮料、蛋糕制品或早餐用巧克力或香草粉。

29. 根据权利要求 26 所述的用途,其特征在于所述药物组合物选自干的药物形式。

30. 根据权利要求 29 所述的用途,其特征在于所述干的药物形式选自明胶胶囊、待溶解的粉末、片剂、以及待稀释的粉状营养制品。

高流动性并且不结块的粉状结晶麦芽糖醇组合物

技术领域

[0001] 本发明涉及一种粉状结晶麦芽糖醇组合物,其流动性得以保存。这种结晶麦芽糖醇粉末因此具有不易发生结块的特殊特征。根据本发明的组合物有利的是具有一种精细粒度。

背景技术

[0002] 在本发明的意义中,表述“粉状结晶麦芽糖醇组合物”可以理解为是指一种含有结晶麦芽糖醇的粉末。

[0003] 在本发明的意义中,表述“结晶麦芽糖醇”还可以理解为是指麦芽糖醇的一种水溶液的常规结晶的产物或任何其他处于晶态形式的麦芽糖醇。

[0004] 4-O- α -D-吡喃葡萄糖基-D-山梨糖醇,常见的被称为麦芽糖醇,是通过麦芽糖的氢化在工业上获得的一种多元醇。

[0005] 它有重要的意义,这归因于以下事实,即:它是化学上更稳定的、产热更少的、并且具有比蔗糖更低的血糖生成指数,而却有利地具有与这种糖非常类似的感官特性。

[0006] 此外,麦芽糖醇具有的特殊特征在于:它不生龋齿,由于该原因它已经找到多种工业应用,尤其是食品和制药工业,尤其是在口香糖、餐桌增甜剂(table-top sweeteners)以及巧克力的领域。

[0007] 在很长一段时间内,麦芽糖醇仅以低浓度的糖浆、或以非晶相的不纯粉末的形式市售。

[0008] 仅在八十年代初林原(HAYASHIBARA)公司才在其专利US 4,408,041中首次说明了无水麦芽糖醇晶体的生产。

[0009] 之前,这种多元醇一直被认为是一种不可结晶的产品。

[0010] 这种错误的假设实际上源于以下事实,即:麦芽糖醇从一种过饱和溶液的结晶不像在其他多元醇的情况下(例如像甘露糖醇或赤藓糖醇)那样容易控制。

[0011] 一方面作为“淀粉糖”技术并且另一方面作为在水中的结晶技术已知的这些技术当今几乎是工业上使用的仅有的几种方法。

[0012] 然而,由此获得的产品具有一种非常易变的结晶性,并且并非全部都特别好地适合于某些应用,如口香糖或巧克力的那些应用。

[0013] 这些结晶产品也并非是完全令人满意的,例如当所希望的是使用麦芽糖醇以干的药物形式(如明胶胶囊)以及以下类型的医学产品来代替蔗糖或乳糖时:待溶解的粉末、片剂、以及待稀释的粉状营养制品。

[0014] 当希望相同类型的替代发生在甜食,如粉末饮料、甜点、蛋糕制品或用于早餐的巧克力或香草粉时,也是这种情况。

[0015] 对于这些具体的应用,尤其是对通过“淀粉糖”技术获得的假结晶麦芽糖醇粉末,以及在较小程度上,对于通过在水中结晶获得的结晶麦芽糖醇粉末而言,已观察到这些粉末具有一个或多个缺点,例如,特别是以下这些:

[0016] - 不易流动；

[0017] - 易于发生附聚作用或结块；以及

[0018] - 仅在水中非常缓慢地溶解。

[0019] 因此，在多元醇结晶领域的专家的任务是研发不具有这些缺点（尤其是已知的麦芽糖醇粉末具有的流动以及结块的缺点）的麦芽糖醇组合物。

[0020] 总体上，将这些推荐的处于粉状产品形式的多元醇储存并且分布在双重包装内，该双重包装将由塑料制得的一个内袋与牛皮纸制成的袋或者与波纹纸板盒相结合或另外处于称为“大袋”的柔性容器的形式。目前销售的结晶麦芽糖醇粉末的包装利用了这些包装方法中的一种或其他种。

[0021] 尽管有这些预防措施，商用麦芽糖醇粉末还是趋向于附聚成大的块，并且因此易于结块。这种结块倾向在麦芽糖醇粉末具有精细粒度时将甚至更高。

[0022] 这些结晶麦芽糖醇粉末由此在存储期间的结块引起了许多问题，这些问题不仅仅是通过由此而来的严重的操作困难（转移和拆开、碾磨以及变回溶液等等），而且还通过显著影响这些操作的产率而引起。

[0023] 已经提议了几种解决方案来克服这些困难：

[0024] - 向该麦芽糖醇粉末中添加防结块剂，如硬脂酸镁或滑石；

[0025] - 在外包装材料与内袋之间或后者的内部滑入包含一种硅胶类型的干燥剂的小袋，或选择一种双衬层的外包装材料，在其内衬与外衬之间将已经预先插入一种吸湿性材料。

[0026] 然而第一种方法未被在处理麦芽糖醇粉末的领域内的专家所接受，因为这被认为：

[0027] - 将杂质引入麦芽糖醇粉末中可能减损其商业价值；

[0028] - 感观品质有受损的风险；以及

[0029] - 法规性限制禁止这类添加剂在某些应用中的使用。

[0030] 至于有可能使用的用一种干燥剂进行包装的方法，不能排除被包装的产品可能被干燥剂污染的风险。

[0031] 为补救这种情况，公司 TOWA 在其专利申请 EP1. 787. 993 中提议了在现有技术中常规已知的生产技术的下游处理结晶麦芽糖醇。

[0032] TOWA 因此推荐使用在考虑之内的不同手段：

[0033] - 颗粒内部的与在它们表面上存在的水分之间的平衡；

[0034] - 粉末颗粒的水分（内部以及表面上）与环境水分之间的平衡；以及还有

[0035] - 使该粉末的表面稳定。

[0036] 在专利申请 EP1. 787. 993 中，该方法包括一个接触处理，该处理包括：将结晶麦芽糖醇粉末以及已经达到 20°C 至 50°C 的温度并且具有 5% 到 50% 的相对湿度的空气以 2 至 15h⁻¹ 的空间速度引入一个干燥器，持续五至五十小时。

[0037] 然而，可以观察到，这种方法适用于其特征为它们的非常高的麦芽糖醇浓度（即超过 99.5%；例如 LESYS，它具有 99.7wt% 的麦芽糖醇含量）的麦芽糖醇粉末。

[0038] 此外，虽然在此专利申请中说明的麦芽糖醇粉末被认为具有低于 500 μm 的粒度（通过具有 0.50mm 筛目大小的 JIS（日本工业标准）筛的粉末的比例而合格），接受测试的、

由 TOWA 出售的 LESYS 型或此外由本申请公司出售的 MALTISORB[®] 类型的标准结晶麦芽糖醇粉末事实上具有大于 200 μm 的平均直径, 并且因此可以作为大粒度的结晶麦芽糖醇粉末而获得资格。

[0039] 由本领域的普通技术人员所熟知是, 总体上多元醇粉末 (并且特别是麦芽糖醇) 的行为, 尤其是在考虑到它们的流动性时, 作为它们的粒度的函数显著地改变: 平均直径为 400 μm 至 500 μm 的粉末将不会具有平均直径为 50 μm 至 200 μm 的麦芽糖醇粉末相同的行为。

[0040] 这样的结果是, 由 TOWA 推荐的解决方案事实上仅仅适用于具有大的粒度的高纯度结晶麦芽糖醇粉末。

[0041] 从前述内容接续发生的是对于提供一种精细粒度的结晶麦芽糖醇组合物仍有一种未满足的需求, 例如在 10 μm 与 150 μm 之间的, 并且具有一个可变的 (例如从 80wt% 到 99.9wt%) 麦芽糖醇含量, 其流动性得以保持并且因此具有不易发生结块的特殊特征。

发明内容

[0042] 本申请公司可称赞的是提出了一项技术解决方案, 该方案与以下技术偏见相反, 根据该偏见, 强烈建议的是不在粉状结晶麦芽糖醇组合物的制备中使用防结块剂。

[0043] 本申请公司推荐使用一种防结块剂。然而, 这种防结块剂必须选自一种特殊类别的防结块剂, 更特别地其特征在于:

[0044] - 它们在水中的不溶性;

[0045] - 它们的吸水能力; 以及

[0046] - 优选地, 它们的精细粒度。

[0047] 结果是, 本发明首先涉及一种粉状结晶麦芽糖醇组合物, 其特征在于:

[0048] - 它具有在 10 μm 与 150 μm 之间的激光体积平均直径;

[0049] - 它具有在 80wt% 与 99.9wt% 之间的麦芽糖醇含量;

[0050] - 根据一个测试 A1, 其颗粒的至少 50wt% 流经一个具有 2000 μm 截取阈值 (cut-off threshold) 的筛子; 以及

[0051] - 根据一个测试 A2, 其颗粒的至少 35wt% 流经一个具有 2000 μm 截取阈值的筛子。

[0052] 这些粒度分布的值在来自 BECKMAN-COULTER 的、装备有其 (干法途径) 粉末分散模块的一种 LS13-320 型激光衍射粒度分析仪上通过遵循操作指南和制造商说明书而进行确定。

[0053] 将料斗螺杆速度以及分散体料槽的振动强度的操作条件确定为使光学浓度在 4% 与 12% 之间, 理想的是 8%。

[0054] 该 LS13-320 型激光衍射粒度分析仪的测定范围是从 0.04 μm 至 2000 μm 。结果以按体积% 计算, 并且表示为 μm 。

[0055] 粒度分布曲线还使之有可能确定体积平均直径 (算术平均) $D(4,3)$ (激光体积平均直径) 的值。

[0056] 根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合物因此具有在 10 μm 与 150 μm 之间的激光体积平均直径 $D(4,3)$, 优选地在 20 μm 与 120 μm 之间。

[0057] 根据一个实施方案, 根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合物具有在 50 μm 与

90 μm 之间的激光体积平均直径 ; 优选地在 60 μm 与 80 μm 之间。

[0058] 根据另一个实施方案, 根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合物具有在 15 μm 与 50 μm 之间的激光体积平均直径 ; 优选地在 20 μm 与 40 μm 之间。

[0059] 根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合物具有在 80wt% 与 99.9wt% 之间的麦芽糖醇含量 ; 优选在 85wt% 与 99.9wt% 之间 ; 优选在 90wt% 与 99.9wt% 之间 ; 优选在 95wt% 与 99.9wt% 之间。

[0060] 根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合物的防结块性质是根据一个加速老化试验 A 来确定的。

[0061] 这一试验使用了内部尺寸为 10cm \times 5cm 的低密度聚乙烯小袋, 它是通过对具有 100 μm 的厚度的低密度聚乙烯薄膜沿着三个边热封而获得的。

[0062] 向这些小袋中引入 100g 的待测试的粉末, 然后将这些小袋进行气密性的热封。

[0063] 在一个被称为“未加压的”变体的第一变体中 (测试 A1), 将这些小袋在一个气候室中分开地平放。

[0064] 在一个被称为“加压”变体的第二变体中 (测试 A2), 将 2kg 的重量放置在这些小袋上, 这对应于 400kg/m² 的压力。

[0065] 在 7 天内, 这些小袋经历一系列循环 :

[0066] - 在 23 $^{\circ}\text{C}$ 下在 83% 的相对湿度 (或 RH) 中 3.5 小时 ;

[0067] - 0.5 小时的转变 ;

[0068] - 在 40 $^{\circ}\text{C}$ 下在 92% 的 RH 中 3.5 小时 ; 以及

[0069] - 0.5 小时的转变 ;

[0070] 在这 7 天结束时, 将这些小袋打开并且倾倒在具有 2000 μm 筛目的筛子上, 在其商标为 FRITSCHETM Pulverisette 型 00.502 的支持件上振动 10 秒。

[0071] 振动的振幅设置为 5 并且是稳定的。

[0072] 结果表示为通过该 2000 μm 筛子的颗粒按重量计的百分比。

[0073] 根据该“未加压的”测试 A1, 根据本发明的组合物的这些颗粒的至少 50wt% 通过该 2000 μm 的筛子。根据一个优选的实施方案, 根据测试 A1, 根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合物的这些颗粒的至少 60%、优选至少 65%、优选至少 70%、优选至少 75%、优选至少 80%、优选至少 85%、优选至少 90%、优选至少 95% 通过该 2000 μm 的筛子。

[0074] 根据该“加压的”测试 A2, 根据本发明的组合物的这些颗粒的至少 35wt% 通过该 2000 μm 的筛子。根据一个优选的实施方案, 根据该测试 A2, 根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合物的这些颗粒的按重量计至少 40%、优选至少 50%、优选至少 60%、优选至少 70%、优选至少 80%、优选至少 90%、优选至少 95% 通过该 2000 μm 的筛子。

[0075] 通过比较, 如以下将进行例证的, 作为由本申请公司在商品名 MALTISORB[®] P90 下出售的一种麦芽糖醇粉末存在以下结果 :

[0076] - 根据测试 A1, 仅仅 5.2% 的结晶麦芽糖醇颗粒通过该 2000 μm 的筛子 ; 并且

[0077] - 根据测试 A2, 仅仅 7.4% 的结晶麦芽糖醇颗粒通过该 2000 μm 的筛子。

[0078] 根据一个实施方案, 根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合物其特征还在于其防结块剂的含量。

[0079] 这些防结块剂选自其特征为以下各项的防结块剂 :

- [0080] - 它们在水中的不溶性；
- [0081] - 它们的吸水能力；以及
- [0082] - 优选地，它们的精细粒度。
- [0083] 更具体的，根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合物然后其特征在于：它包括从 0.1wt% 到 20wt% 的至少一种不溶于水的防结块剂，该防结块剂具有：
- [0084] - 根据测试 B 在 80% 相对湿度下测定的在 2.5% 与 25% 之间的吸湿度；以及
- [0085] - 优选地，低于 100 μm 的激光体积平均直径。
- [0086] 该防结块剂的不溶于水的性质是通过其化学结构而确定的。本领域的普通技术人员熟知一种化合物在水中的可溶或不可溶的性质。
- [0087] 防结块剂吸水的能力是根据一个测试 B 而测定的，该测试是用于测量在 20°C 下在 80% 相对湿度与 20% 相对湿度之间重量上的差异（以 % 表达）。
- [0088] 这一测试包括在使防结块剂在由 Surface Measurement Systems™（伦敦，英国）制造的设备（并且被称为 Dynamic Vapour Sorption Series 1）中在 20°C 下经受相对湿度（被称为 RH）的周期时对防结块剂重量上的相对变化进行评估。
- [0089] 这种设备包括一种示差微量天平，它使之有可能在使一种样品经受不同的气候条件时将这种样品相对于一种参比物（在此该示差天平的参比托架是空的）的重量变化进行量化。
- [0090] 该载气是氮气，并且该样品的重量是小于 10mg。
- [0091] 在 20°C 的恒温下，每种防结块剂经历以下相对湿度周期：在 20% 下 5 小时、经 30 分钟从 20% 爬升至 70%、在 70% 下保持 5 小时、经 30 分钟从 70% 爬升至 80%、并且在 80% 下保持 5 小时。
- [0092] 然后通过以下方程式给出在 80% RH 下的吸湿度： $(m_{80}-m_{20})/m_{20} \times 100$ ，以 % 表示，其中 m_{20} 是在 20% RH 下 5 小时结束时该样品的质量，并且 m_{80} 是在 80% RH 下 5 小时结束时该样品的质量。
- [0093] 在根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合物中使用的防结块剂具有的吸湿度根据测试 B 在 80% 相对湿度下测定为在 2.5% 与 25% 之间。
- [0094] 通过比较，其他常规选择的防结块剂，如硬脂酸镁或滑石，具有非常差的吸水能力；确切地说，它们的吸湿度值在 80% RH 下根据测试 B 测量是在 0.05% 与 1.0% 之间。
- [0095] 根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合物的防结块剂还可能的特征在于它们的粒度，如以上所指示的，在来自 BECKMAN-COULTER、装备有其（干燥途径）粉末分散体模块的一种 LS13-320 型激光衍射粒度分析仪上通过遵循操作指南和制造商的说明书而进行测量。
- [0096] 根据一个实施方案，这些防结块剂具有低于 100 μm 的激光体积平均直径。根据本发明，优选具有低于 80 μm、更优选低于 50 μm、更优选低于 40 μm、更优选低于 30 μm、更优选低于 10 μm 的激光体积平均直径的防结块剂。
- [0097] 根据一个实施方案，根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合物包括从 0.1% 到 15%、优选从 0.1% 到 10%、优选从 0.1% 到 5% 按重量计的防结块剂。
- [0098] 根据一个优选的制备根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合物的方法，该防结块剂是选自下组，其组成为：气相白炭黑、铝硅酸钠、无水磷酸三钙、以及脱水马铃薯淀粉（尤其是具有小于 12% 的残余水、优选地具有小于 10% 的残余水、优选地具有小于 8% 的残余水、

优选地具有 6% 的残余水的脱水马铃薯淀粉), 单独地或组合使用。

[0099] 根据这种优选方法的一个第一实施方案, 根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合包括从 0.3wt% 到 3wt%、优选约 0.5wt% 到 2wt% 的气相白炭黑或铝硅酸钠。

[0100] 根据这种优选方法的一个第二实施方案, 根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合包括从 0.3wt% 到 3wt%、优选约 2wt% 的无水磷酸三钙。

[0101] 根据这种优选方法的一个第三实施方案, 根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合包括从 0.5wt% 到 20wt%、优选约 5wt% 的脱水淀粉 (尤其是具有小于 12% 的残余水、优选具有小于 10% 的残余水、优选具有小于 8% 的残余水、优选具有 6% 的残余水的脱水马铃薯淀粉)。

[0102] 如以下所例证的, 这些防结块剂满足涉及以下各项的前提特性:

[0103] - 它们在水中的不溶性;

[0104] - 它们的吸水能力; 以及

[0105] - 优选地, 它们的精细粒度。

[0106] 本发明还涉及至少一种这种具有以下特性的不溶于水的防结块剂用于制备一种粉状结晶麦芽糖醇组合物的用途, 该防结块剂具有:

[0107] - 根据测试 B 测定的在 2.5% 与 25% 之间的吸湿度; 以及

[0108] - 优选地, 低于 100 μm 的激光体积平均直径。

[0109] 根据一个实施方案, 本发明还涉及至少一种选自以下各项的防结块剂用于制备一种粉状结晶麦芽糖醇组合物的用途, 该防结块剂是选自:

[0110] - 气相白炭黑;

[0111] - 硅铝酸钠;

[0112] - 无水磷酸三钙; 以及

[0113] - 脱水马铃薯淀粉 (尤其是具有小于 12% 的残余水、优选具有小于 10% 的残余水、优选具有小于 8% 的残余水、优选具有 6% 的残余水的脱水马铃薯淀粉)。

[0114] 根据一个实施方案, 根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合能够通过以下各项进行混合而获得:

[0115] - 具有在 10 μm 与 150 μm 之间的激光体积平均直径的结晶麦芽糖醇; 以及

[0116] - 至少一种不溶于水的防结块剂, 所述防结块剂具有根据测试 B 测定的在 2.5% 与 25% 之间的吸湿度, 并且优选具有低于 100 μm 的激光体积平均直径。

[0117] 根据一个实施方案, 在根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合中, 该防结块剂的激光体积平均直径是小于该结晶麦芽糖醇的激光体积平均直径。

[0118] 根据一个优选的实施方案, 根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合能够通过以下各项进行混合而获得:

[0119] - 具有在 50 μm 与 90 μm 之间、优选地在 60 μm 与 80 μm 之间的激光体积平均直径的结晶麦芽糖醇; 例如本申请公司出售的 MALTISORB™ P90; 以及

[0120] - 至少一种如上所指出的防结块剂。

[0121] 根据另一个优选的实施方案, 根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合能够通过以下各项进行混合而获得:

[0122] - 具有在 15 μm 与 50 μm 之间、优选地在 20 μm 与 40 μm 之间的激光体积平均直径

的结晶麦芽糖醇；例如由本申请公司出售的 MALTISORB™ P35；以及

[0123] - 至少一种如上所指出的防结块剂。

[0124] 此外，根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合物能够通过使用本领域普通技术人员已知的任何方法来获得，该方法包括将这两种粉末进行物理混合的一个步骤。

[0125] 本发明还涉及如上说明的一种粉状结晶麦芽糖醇组合物用于填充柔性容器（例如“大袋子”）的用途。

[0126] 此外，根据本发明的粉状组合物在食品和 / 或药物领域中是有用的。

[0127] 因此，本发明还涉及如上说明的一种粉状结晶麦芽糖醇组合物的用途，该用途是用于制备食品成分的，尤其是甜食比如口香糖、巧克力、餐桌增甜剂、饼干、冰淇淋、粉末饮料、餐后甜点、蛋糕制品或用于早餐的巧克力或香草粉；和 / 或用于药物组合物的制备、尤其是干的药物形式，如明胶胶囊以及以下类型的医药产品：待溶解的粉末、片剂、以及待稀释的粉状营养制品。

[0128] 在以下实例的帮助下本发明将得到更好的理解，这些实例无意为限制性的并且仅仅例证了某些实施方案以及根据本发明的结晶麦芽糖醇粉末的某些有利的特性。

[0129] 实例

[0130] 实例 1

[0131] 通过将本申请公司在商品名 MALTISORB® P90（具有 69.5 μm 的一种体积平均直径 D(4,3)）下出售的一种结晶麦芽糖醇粉末与 4 种防结块剂进行物理混合来制备四种粉状结晶麦芽糖醇组合物，这些防结块剂为：

[0132] - 由 EVONIK-DEGUSSA GmbH 出售的气相白炭黑 AEROSIL™200；

[0133] - 由 W. R. GRACE Co. 出售的铝硅酸钠 DURAFILL™200；

[0134] - 由 PRAYON S. A. 出售的无水磷酸三钙或 TCP；以及

[0135] - 由本申请公司相同名下出售的具有 6% 的残余水的脱水马铃薯淀粉。

[0136] 这 4 种防结块剂呈现出在以下表 1 中表示的吸水性和粒度特征。

[0137] 表 1

[0138]

	根据测试 B 在 80%RH 下的吸湿度 (%)	激光 D(4,3) 体积平均直径 (μm)
AEROSIL 200 气相白炭黑	3.09	0.012
DURAFILL 200 铝硅酸钠	5.48	4.91
TCP	3.47	7.16
脱水马铃薯淀粉	15.06	35.96

[0139] 根据本发明的这 4 种粉状结晶麦芽糖醇组合物的麦芽糖醇粉末和防结块剂含量在以下表 2 中示出。

[0140] 表 2

[0141]

	组合物 “A”	组合物 “B”	组合物 “C”	组合物 “D”
MALTISORB [®] P90 (wt%)	98	98	98	95
AEROSIL [™] 200 气相白炭黑 (wt%)	2			
DURAFILL [™] 200 铝硅 酸钠 (wt%)		2		
TCP (wt%)			2	
脱水马铃薯淀粉 (wt%)				5

[0142] 根据本发明的组合物“A”、“B”、“C”、以及“D”具有在 10 μm 与 150 μm 之间的激光体积平均直径。

[0143] 使用加速老化试验 A 对这 4 种粉状结晶麦芽糖醇组合物的防结块的性质进行了测定。

[0144] 所获得的值在以下表 3 中示出。

[0145] 表 3

[0146]

	组合物 “A”	组合物 “B”	组合物 “C”	组合物 “D”
测试 A1 未加压的加速老化试 验 (%)	83.9	68.7	82.3	97.6
测试 A2 加压的加速老化试验 (%)	72.3	48.9	35.4	98.6

[0147] 将这些结果与用硬脂酸镁类型 (硬脂酸镁 Ph. / 来自 Wiga Pharma GmbH 的 Veg) 以及滑石 (来自 talc Luzenac 的 talc extra sup DEC) 的防结块剂进行的测量进行比较, 它们的吸水性和粒度参数在以下表 4 中给出。

[0148] 表 4

[0149]

	根据测试 B 在 80%RH 下的吸湿度 (%)	激光 D(4,3) 体积平均直径 (μm)
硬脂酸镁	0.86	11.1
滑石	0.08	19.9

[0150] 根据加速老化试验 A 对这两种对照组合物“E” (99% MALTISORB® P90 与 1% 硬脂酸镁) 和“F” (98MALTISORB® P90 与 2 的滑石) 进行的测量在以下表 5 中示出。

[0151] 表 5

[0152]

	组合物“E”	组合物“F”
测试 A1 未加压的加速老化试验	8.5%	3.5%
测试 A2	6.9%	8.2%

[0153]

加压的加速老化试验		
-----------	--	--

[0154] 因此, 根据本发明的粉状结晶麦芽糖醇组合物具有显著的流动特性。

[0155] 实例 2

[0156] 通过将本申请公司在商品名 MALTISORB® P90 下出售的一种结晶麦芽糖醇粉末 (具有 $77.8 \mu\text{m}$ 的一种体积平均直径 D(4,3)) 与一种防结块剂 (具有 6.0% 的含水量的脱水马铃薯淀粉) 进行物理混合来制备一种粉状结晶麦芽糖醇组合物。最后, 这种粉状混合物包括 95% 的麦芽糖醇粉末和 5% 的脱水淀粉。该组合物具有在 $10 \mu\text{m}$ 与 $150 \mu\text{m}$ 之间的激光体积平均直径。

[0157] 从同一批次的 MALTISORB® P90 开始, 用硬脂酸镁制备了一种物理混合物, 以便获得包括 98% 的麦芽糖醇粉末和 2% 的硬脂酸镁的一种粉状混合物。该组合物具有在 $10 \mu\text{m}$ 与 $150 \mu\text{m}$ 之间的激光体积平均直径。

[0158] 用这两种物理混合物的每一个与该初始批次的 MALTISORB® P90 将三个包含一种聚乙烯袋 (具有 $100 \mu\text{m}$ 的厚度) 的 66S 型柔性容器中填充 800kg 的粉末。

[0159] 将这三个容器同时并且以相同方式进行密封。然后, 将这三个柔性容器并排放置在木制的货盘 (palettes) 上, 并且在同一个未受热的并且不隔热的仓库中储存一年。由此使它们经受与自然的气候变化相关的在温度和湿度方面的变化, 而且还经受这些在白天与夜晚的时期之间的常规的变化。

[0160] 在储存了一年之后, 将这些柔性容器带到一种适合于这类容器的一个卸载装备中并且观察将它们倒空的容易程度:

[0161] - 对于单独的 MALTISORB® P90 粉末: 在打开卸料槽以后, 没有粉末流动。产品完全附聚并且将不可能将此柔性容器倒空。

[0162] - 对于具有硬脂酸镁的混合物 :在打开卸料槽以后,产品流动性非常差,并且许多大的块迅速阻塞了卸料槽。将必需进行几次人工干预以便将该容器完全倒空,结果造成了产品损失。回收的产品将不能在最终应用中按原样使用,因为它有太多硬块并且因为其粒度与其初始粒度非常不同。

[0163] - 对于具有脱水淀粉的混合物 :在打开卸料槽以后,粉末非常迅速并且均匀地流动。回收的粉末具有少许小的、非常易碎的块并且其粒度与最初时没有很大不同。该混合物将能在其最后应用中按原样使用而无任何问题。