

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
15. November 2007 (15.11.2007)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2007/128483 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:
C07H 3/04 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2007/003883

(22) Internationales Anmeldedatum:
3. Mai 2007 (03.05.2007)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
10 2006 022 506.6 8. Mai 2006 (08.05.2006) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme
von US): **SÜDZUCKER AKTIENGESELLSCHAFT
MANNHEIM/OCHSENFURT** [DE/DE]; Maximil-
ianstrasse 10, 68165 Mannheim (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **KOWALCZYK,
Jörg** [DE/DE]; Franz-Schubert-Strasse 24, 67304 Eisen-
berg/Steinborn (DE). **BERNARD, Jörg** [DE/DE];
Am Dorf 9, 67283 Albsheim (DE). **DÖRR, Tillmann**
[DE/DE]; Bahnhofstrasse 54, 67591 Hohen-Sülzen (DE).

(74) Anwälte: **SCHWAHN, Hartmut** usw.; Gleiss Grosse
Schrell & Partner, Leitzstrasse 45, 70469 Stuttgart (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,

AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA,
CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES,
FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN,
IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR,
LS, LT, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY,
MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS,
RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN,
TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW,
GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG,
ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU,
TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK,
EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC,
MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF,
CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD,
TG).

Erklärungen gemäß Regel 4.17:

- hinsichtlich der Berechtigung des Anmelders, ein Patent zu
beantragen und zu erhalten (Regel 4.17 Ziffer ii)
- Erfindererklärung (Regel 4.17 Ziffer iv)

Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Ab-
kürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Co-
des and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der
PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: ISOMALTULOSE WITH IMPROVED FLOW PERFORMANCE

(54) Bezeichnung: ISOMALTULOSE MIT VERBESSERTER FLIESSFÄHIGKEIT

(57) Abstract: The invention relates to a crystalline isomaltulose product that, as a bulk material, has improved flow properties and does not tend to solidify over time, method for manufacturing this product and a new application of isomaltulose.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein kristallines Isomaltulose-Produkt, das als Schüttgut verbesserte Fließeigen-
schaften aufweist und nicht zur Zeitverfestigung neigt, Verfahren zur Herstellung dieses Produkts sowie eine neue Verwendung von
Isomaltulose.



WO 2007/128483 A1

Titel: Isomaltulose mit verbesserter Fließfähigkeit**Beschreibung**

Die Erfindung betrifft ein kristallines Isomaltulose-Produkt, das als Schüttgut verbesserte Fließeigenschaften aufweist und nicht zur
5 Zeitverfestigung neigt, Verfahren zur Herstellung dieses Produkts sowie eine neue Verwendung von Isomaltulose.

Stand der Technik

Isomaltulose (auch als Palatinose® bezeichnet) ist ein Disaccharid mit α -1,6-glycosidischer Verknüpfung von Glucose und Fructose (6-
10 O- α -D-Glucopyranosyl-Fructofuranose). Isomaltulose wird in der Lebensmittelindustrie und in der pharmazeutischen Industrie als Süßungsmittel, Trägerstoff und/oder Füllstoff eingesetzt. Ein wichtiges Einsatzgebiet von Isomaltulose ist der Ersatz von Saccharose. Isomaltulose wird wie Saccharose oder andere Zuckeraustauschstoffe
15 oft in kristalliner Form als loses Schüttgut gelagert und verarbeitet. Kristalline Isomaltulose sollte möglichst gute Lagerfähigkeit und Fließeigenschaften wie andere Zuckeraustauschstoffe aufweisen, um in für solche Stoffe geeignete und angepasste Verarbeitungsanlagen eingespeist werden zu können, ohne dass größere verfahrens-
20 technische Anpassungen oder bauliche Veränderungen an den Anlagen erforderlich werden.

Im Gegensatz zu anderen kristallinen Zuckeraustauschstoffen ist Isomaltulose wenig hygroskopisch; demgemäß ist eine hohe Lagerstabilität zu erwarten. Unerwarteterweise zeigt Isomaltulose jedoch
25 den nachteiligen Effekt der sogenannten „Zeitverfestigung“. Bei die-

sem Phänomen „verbacken“ die Isomaltulosekristalle miteinander zu Klumpen oder Agglomeraten. Solche Klumpen oder Agglomerate behindern die Fließfähigkeit des Produkts bei der Weiterverarbeitung. Beispielsweise wird Isomaltulose in Säcken oder sogenannten
5 „big packs“ gelagert und der Inhalt der Säcke zur maschinellen Verarbeitung über Einfülltrichter oder Schütten den Anlagen zugeführt. Die gebildeten Agglomerate erschweren das Entleeren der Säcke und behindern das Einfließen des Schüttguts in die Einfülltrichter. In der Regel werden daher zusätzliche mechanische Bearbeitungsschritte notwendig, um die gelagerte und agglomerierte Isomaltulose
10 der maschinellen Verarbeitung zuzuführen.

Alternativ wird Isomaltulose in Schüttgutsilos gelagert. Dort tritt ebenfalls Zeitverfestigung auf. So neigt Isomaltulose in Kernflusssilos zu Schachtbildung. Eine Silolagerung von Isomaltulose ist deutlich erschwert und in bestimmten Silotypen unzweckmäßig. Zusätzliche
15 Vorkehrungen bei der Silolagerung wie periodische Umwälzungen innerhalb des Silos müssen getroffen werden.

Systematische Untersuchungen zeigen, dass massive Zeitverfestigungen bereits nach kurzen Lagerzeiten von etwa 48 Stunden auftreten. Weiter zeigt sich, dass die weitere Verlängerung der Lagerdauer über mehrere Tage hinweg (beispielsweise 240 Stunden) den
20 initialen Umfang der Zeitverfestigung nur noch geringfügig vergrößert. Im Vergleich zu anderen Schüttgütern, die bekanntermaßen ebenfalls zur Zeitverfestigung neigen, tritt die Zeitverfestigung bei
25 Isomaltulose nachteiligerweise sehr schnell auf. Die Zeitverfestigung von Isomaltulose ist außerdem im Wesentlichen unabhängig vom üblichen Feuchtigkeitsgehalt gelagerter Isomaltulose und von üblichen Lagerbedingungen. Feuchtegehalt und Lagerbedingungen ha-

ben nachteiligerweise keinen ausreichenden Einfluss auf Zeitverfestigung und Fließfähigkeit der Isomaltulose. Es sind keine üblicherweise verfügbaren Lagerbedingungen bekannt, bei denen die unerwünschte Zeitverfestigung ausreichend reduziert wird.

- 5 Es besteht der Bedarf, kristalline Isomaltulose als Schüttgut in fließfähiger und silofähiger Form zu erhalten, ohne dass bei der Lagerung eine nachteilige Zeitverfestigung auftritt.

- Um die Fließfähigkeit von Schüttgütern für die Lagerung und Verarbeitung im Lebensmittelbereich und in der Pharmazeutik zu erhalten,
10 werden in der Regel sogenannte „Antibackmittel“ oder „Rieselhilfsmittel“ (anticaking agent) beigefügt. Bekannte Rieselhilfsmittel sind Silikate, Aluminosilikate, Polysyloxane, Phosphate, Natriumhydrogencarbonat oder Stärkepulver. Nachteilig bei diesen Hilfsstoffen ist, dass sie das Ausgangsprodukt verunreinigen und/oder chemische
15 Eigenschaften aufweisen, bei der Verarbeitung des Produkts zu Nachteilen führt. Außerdem ist es erforderlich, solche Hilfsstoffe im fertigen Lebensmittelprodukt oder pharmazeutischen Produkt zu deklarieren.

Aufgabenstellung

- 20 Ausgehend vom Stand der Technik besteht das der vorliegenden Erfindung zugrundeliegende technische Problem im Wesentlichen darin, fließfähige kristalline Isomaltulose bereitzustellen, die ohne den Zusatz von Fremd- und Hilfsstoffen wie Antibackmittel und Rieselhilfsmittel bei der Lagerung ihre Fließfähigkeit behält und keine
25 Tendenz zur Zeitverfestigung besitzt.

Weiter besteht das technische Problem, ein verbessertes Antiback- oder Rieselhilfsmittel bereitzustellen, das die Fließfähigkeit von kristalliner Isomaltulose und ähnlichen Produkten erhält und verbessert und die Neigung zur Zeitverfestigung vermindert oder unterdrückt.

- 5 Das zugrundeliegende technische Problem wird erfindungsgemäß gelöst durch die Bereitstellung eines Isomaltulose-Produkts, einer kristallinen Isomaltulose oder Isomaltulose-Zusammensetzung, die einen Anteil von mindestens 1 bis maximal 20 Gew.-% (bezogen auf den Gesamttrockensubstanzgehalt des Produkts) feinpulvrige Iso-
- 10 maltulose, das heißt Isomaltulose-Feinanteil mit einer Korngröße von weniger als 100 µm, insbesondere weniger als 50 µm, enthält. Bevorzugt besteht die Isomaltulose-Zusammensetzung ausschließlich aus Isomaltulose.

- Die Erfindung besteht also darin, in bekannter kristalliner Isomaltulose, wie sie bevorzugt in an sich bekannter Weise durch Isomerisierung aus Saccharose und Kristallisation erhalten werden kann, einen bestimmten Anteil an feinpulvriger Isomaltulose vorzusehen. Unter „kristalliner Isomaltulose“ wird pulverförmiges granuläres Schüttgut aus Isomaltulose verstanden. Herkömmliche kristalline Isomaltulose
- 15 weist Isomaltulose-Kristalle mit einer Korngröße von etwa 0,2 bis 0,6 mm auf. Unter „Feinpulvriger Isomaltulose“ beziehungsweise „Isomaltulose-Feinanteil“ wird vorliegend kristalline Isomaltulose in Pulver- oder Puderform verstanden, welche eine Korngröße von weniger als 100 µm, insbesondere weniger als 50 µm aufweist. Insbesondere bedeutet dies, dass die feinpulvrige Isomaltulose eine bestimmte Korngrößenverteilung aufweist. Bei einer mittels Laserbeugungsmethode (Gerät: Malvern Mastersizer 2000®) bei trockener
- 20 Dispergierung in Luft mit 0,6 bar Dispergierdruck gemessenen Korn-

größenverteilung weist eine erfindungsgemäß eingesetzte feinpulvrige Isomaltulose vorzugsweise folgende Rückstandssummen auf: 5 % (d05) = etwa 44 µm, 50 % (d50) = etwa 15 µm, 95 % (d95) = etwa 1 µm (Prozentangaben beziehen sich auf Volumen-Prozent). Dies bedeutet, dass nur 5 Vol.-% des gesamten Partikelvolumens größer sind als etwa 44 µm. Bevorzugt weist die feinpulvrige Isomaltulose daher zu wesentlichen Teilen, das heißt zu mehr als 95 Vol.-%, eine Korngröße von unter etwa 44 µm auf; vor allem besitzt die feinpulvrige Isomaltulose eine Korngröße von stets weniger als 100 µm, insbesondere weniger als 50 µm. Korngrößen von 100 µm oder mehr treten dabei in der Regel nicht auf; ihr Anteil ist vernachlässigbar gering, besonders aber weniger als 1 Vol.-% und bevorzugt weniger als 0,5 Vol.-%.

Überraschenderweise bewirkt der erfindungsgemäß vorgesehene Isomaltulose-Feinanteil im Produkt, dass das Isomaltulose-Produkt, das heißt die kristalline Isomaltulose oder Isomaltulosezusammensetzung, bei der Lagerung keine nachteilige Zeitverfestigung mehr zeigt und ihre Fließfähigkeit dauerhaft behält. Überraschenderweise ist der vorteilhafte Effekt bereits bei einem Isomaltulose-Feinanteil von etwa 1 Gew.-% am Gesamtprodukt stark ausgeprägt. Bei einem Feinanteil von etwa 5 Gew.-% ist der vorteilhafte Effekt maximal. Bei einem Feinanteil von mehr als etwa 20 Gew.-% tritt der vorteilhafte Effekt soweit in den Hintergrund, dass das zugrundeliegende technische Problem nicht mehr ausreichend gelöst werden kann. Bevorzugt ist ein Isomaltulose-Feinanteil von 1 bis 10 Gew.-%; besonders bevorzugt ist ein Isomaltulose-Feinanteil von 1 bis 5 Gew.-% (bezogen auf Gesamttrockensubstanz). Besonders bevorzugt ist ein Isomaltulose-Feinanteil von 1 bis 4 Gew.-%. Besonders bevorzugt ist ein Isomaltulose-Feinanteil von 1 bis 3 Gew.-%. Besonders bevor-

zugt ist ein Isomaltulose-Feinanteil von 1 bis 2 Gew.-%. Besonders bevorzugt ist ein Isomaltulose-Feinanteil von etwa 1 Gew.-%.

In einer bevorzugten Ausführungsform weist die kristalline Isomaltulose im erfindungsgemäßen Isomaltulose-Produkt ohne den erfindungsgemäßen Feinanteil eine Kristallgröße von etwa 0,2 bis etwa 0,6 mm, bevorzugt von etwa 0,3 bis etwa 0,45 mm, auf. Dies entspricht der Kristallgrößenverteilung von aus Isomerisierung von Saccharose und Kristallisation in an sich bekannter Weise erhaltener kristalliner Isomaltulose.

Eine bevorzugte Ausführung der Erfindung ist eine kristalline Isomaltulose, die einen Isomaltulose-Feinanteil mit einer Korngröße von weniger als 100 μm , insbesondere weniger als 50 μm , von 1 bis 5 Gew.-% (bezogen auf Gesamttrockensubstanz) und einen Anteil an kristalliner Isomaltulose mit einer Kristallgröße von etwa 0,3 bis etwa 0,45 mm von 99 bis 95 Gew.-% (bezogen auf Gesamttrockensubstanz) enthält oder bevorzugt daraus besteht.

Bevorzugt ist das erfindungsgemäße Isomaltulose-Produkt reine Isomaltulose. Es versteht sich, dass dem erfindungsgemäßen Isomaltulose-Produkt zur weiteren Verbesserung der Verarbeitungsfähigkeit zusätzlich weitere bekannte Hilfsmittel wie Antibackmittel oder Rieselhilfsmittel beigelegt werden können.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist demgemäß auch ein Verfahren zur Herstellung, bevorzugt reiner, fließfähiger kristalliner Isomaltulose, die insbesondere nicht zur Zeitverfestigung neigt. Das erfindungsgemäße Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, dass, bevorzugt auf herkömmliche Weise gewinnbare, kristalline Isomaltulose mit einer Kristallgröße von etwa 0,2 bis etwa 0,6 mm, bevorzugt von

etwa 0,3 bis etwa 0,45 mm, mit einem erfindungsgemäßen Anteil von 1 bis 20 Gew.-%, bevorzugt von 1 bis 10 Gew.-%, besonders bevorzugt von 1 bis 5 Gew.-%, weiter bevorzugt von 1 bis 4 Gew.-%, 1 bis 3 Gew.-%, 1 bis 2 Gew.-%, 1 Gew.-% oder, (bezogen auf Gesamtrockensubstanz) feinpulvriger Isomaltulose in Verbindung gebracht, das heißt vermischt, wird und so ein fließfähiges, lagerbeständiges kristallines Isomaltulose-Produkt erhalten wird. Vorzugsweise wird unter Rühren intensiv vermischt. Das Vermischen findet während der Produktion des kristallinen Isomaltuloseanteils statt oder unmittelbar vor der Abfüllung oder Lagerung. In einer weiteren bevorzugten Ausführung werden die Prozessparameter so gewählt oder solche weiteren Maßnahmen vorgesehen, dass der erfindungsgemäß vorgesehene Feinanteil im Isomaltulose-Produkt bei der Herstellung des kristallinen Isomaltuloseanteils entsteht oder bereits entstandener im Produkt verbleibt.

In jedem Fall wird vorzugsweise ein reines Isomaltulose-Produkt erhalten, das, von üblichen Verunreinigungen abgesehen, allein aus Isomaltulose besteht.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist aber auch ein fließfähiges und lagerstabiles Isomaltulose-haltiges Gemisch das den erfindungsgemäßen Feinanteil an Isomaltulose aufweist. Es handelt sich dabei besonders um eine Kombination von Isomaltulose mit mindestens einem weiteren Kohlenhydrat, besonders Fruktose, Glukose, Saccharose, Trehalulose, Isomaltose, Isomelizitose, Oligosacchariden mit einem Polymerisationsgrad von 3 oder 4, bevorzugt Inulin und/oder Oligofruktose, oder Kohlenhydratalkohol, besonders Mannit, Sorbit, Xylit, Isomalt, oder Gemischen davon. In einer bevorzugten Variante enthält das Gemisch Isomaltulose und Fruktose oder

- besteht daraus, in einer weiteren bevorzugten Variante enthält das Gemisch Isomaltulose und Glukose oder besteht daraus, in einer weiteren bevorzugten Variante enthält das Gemisch Isomaltulose und Saccharose oder besteht daraus, in einer weiteren bevorzugten Variante enthält das Gemisch Isomaltulose und Trehalulose oder besteht daraus, in einer weiteren Variante enthält das Gemisch Isomaltulose und Isomaltose oder besteht daraus, in einer bevorzugten weiteren bevorzugten Variante enthält das Gemisch Isomaltulose und Isomelizitose oder besteht daraus, in einer weiteren bevorzugten Variante enthält das Gemisch Isomaltulose und Oligosaccharide mit einem Polymerisationsgrad von 3 oder 4 oder mehr oder besteht daraus.

- Weiter wurde gefunden, dass feinpulverige Isomaltulose auch bei anderen ähnlichen, insbesondere kristallinen, Schüttgütern zur Verbesserung der Fließfähigkeit und zur Verhinderung der Zeitverfestigung eingesetzt werden kann. So zeigt sich, dass der erfindungsgemäße Isomaltulose-Feinanteil die Verarbeitungsfähigkeit oder Fließfähigkeit von kristallinen Produkten wie Saccharose, Glucose, Fructose, Isomalt sowie anderen festen, pulverförmigen Mono-, Di-, Oligo-, Polysacchariden und -saccharidalkoholen verbessert und gegebenenfalls deren Neigung zur Zeitverfestigung unterdrückt oder vermindert.

- Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist daher auch die Verwendung der feinpulvrigen Isomaltulose als Rieselhilfsmittel in Schüttgut.
- Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung der feinpulvrigen Isomaltulose als Antibackmittel in Schüttgut. Erfindungsgemäß wird der Isomaltulose-Feinanteil verwendet, um die Fließfähigkeit des Schüttguts vor allem für die maschinelle Verarbeitung zu

verbessern und/oder diese, insbesondere bei der Lagerung, zu erhalten. Bevorzugt wird dem Schüttgut die feinpulvrige Isomaltulose als Rieselhilfsmittel oder Antibackmittel in einem Anteil von 1 bis 20 Gew.-%, bevorzugt 1 bis 10 Gew.-%, besonders bevorzugt 1 bis 5 Gew.-%, weiter bevorzugt von 1 bis 4 Gew.-%, 1 bis 3 Gew.-%, 1 bis 2 Gew.-% oder etwa 1 Gew.-%, (bezogen auf Gesamttrockensubstanz) zugesetzt.

Die Erfindung wird anhand des nachfolgenden Beispiels näher erläutert, ohne dass dieses beschränkend zu verstehen ist.

10 **Ausführungsbeispiel**

Lagertest von Isomaltulose

Es wurden Isomaltulose-Chargen aus der laufenden Produktion für die Verwendung in der Lebensmittelindustrie untersucht. Dazu wurden die Proben aliquotiert und alle zunächst für 12 Stunden im Trockenschrank bei 60°C und unter Vakuum gelagert. Sofort anschließend wurden der Wassergehalt und die Wasseraktivität (a_w -Wert) der Proben ermittelt. Diese Werte dienten als Referenzwert (Nullprobe).

Es wurden folgende Lagerbedingungen gewählt:

20 Lagertemperatur: 30 °C

45 % relative Feuchte oder 60 % relative Feuchte

Lagerdauer: 3 Wochen

Lagerung ohne mechanische Belastung (Belastung allein durch Eigengewicht der Probe);

Lagerung unter zusätzlicher mechanischer Belastung:

10 kg Last auf eine kreisrunde Fläche von 10 cm Durchmesser;
etwa 125 MPa

a) Vergleichsexperiment

- 5 Die Ergebnisse des Lagertests sind in Tabelle 1 dargestellt. Die Ergebnisse zeigen, dass nach 3 Wochen Lagerdauer kein signifikanter Unterschied gegenüber der Nullprobe in Hinblick auf Wassergehalt und Wasseraktivität festzustellen war. Isomaltulose ist nicht hygro-
- 10 skopisch. Unerwarteterweise traten jedoch Verklumpungen und Verhärtungen der kristallinen Isomaltulose auf.

Tabelle 1:

Lagerbedingung [rel. Feuchte]	Wassergehalt [%]	Wasseraktivität [a _w -Wert]	Zustand der Probe
Nullprobe	5,32	0,41	Probe ist voll fließfähig; keine Klumpen
45; ohne Last	5,33	0,43	bereits nach wenigen Tagen tritt Klumpenbil- dung auf
45; mit Last	5,39	0,41	bereits nach wenigen Tagen tritt Klumpenbil- dung auf; der Effekt ist unter Last stärker als ohne Last
60; ohne Last	5,44	0,44	Klumpenbildung
60; mit Last,	5,35	0,48	starke Klumpenbildung; der Effekt ist unter Last stärker als ohne Last

b) Isomaltulose mit 5 Gew.-% Feinanteil (erfindungsgemäß)

In einem weiteren Versuchsansatz wurde die aus der laufenden Produktion entnommene Isomaltulose mit 5 Gew.-% (bezogen auf Gesamttrockensubstanzgehalt) feinpulvrige Isomaltulose mit Korngrößen von weniger als 100 µm versetzt und gut durchmischt.

Die feinpulvrige Isomaltulose wies folgende Korngrößen auf:

5 Vol.-% (d05) : 44 µm

50 Vol.-% (d50) : 15 µm

95 Vol.-% (d95) : 1 µm

(Laserbeugungsmethode; Malvern Mastersizer 2000[®]; Trockendispergierung in Luft; 0,6 bar Dispergierdruck)

Anschließend wurden die Proben aliquotiert, Nullproben bestimmt und wie vorstehend (siehe a)) beschrieben für 3 Wochen gelagert. Die Ergebnisse sind in Tabelle 2 dargestellt. Über die gesamte Lagerdauer von 3 Wochen im Schüttgut waren keine nennenswerten Verklumpungen oder Verhärtungen festzustellen. Auch unter Last zeigten die Proben noch gute Flieseigenschaften. Eventuell gebildete kleinere Klümpchen zerfielen ohne Kraftaufwand.

Tabelle 2:

Lagerbedingung [rel. Feuchte]	Wassergehalt [%]	Wasseraktivität [a _w -Wert]	Zustand der Probe
Nullprobe	5,25	0,27	Probe ist voll fließfähig; keine Klumpen
45; ohne Last	5,15	0,39	Probe ist gut fließfähig; es werden keine Klumpen gebildet
45; mit Last	-	-	Proben sind gut fließfähig; kleinere vorhandene Klümpchen zerfallen sofort
60; ohne Last	5,15	0,45	Proben sind gut fließfähig; keine Klumpen vorhanden
60; mit Last	-	-	Proben sind gut fließfähig; kleine Klümpchen zerfallen sofort

c) Isomaltulose mit 20 Gew.% Feinanteil (erfindungsgemäß)

In einem weiteren Versuchsansatz wurde die aus der laufenden Produktion entnommene Isomaltulose mit 20 Gew.-% (bezogen auf Gesamtrockensubstanzgehalt) Feinpudriger Isomaltulose mit Korngrößen von weniger als 100 µm (siehe b)) versetzt und gut durchmischt. Anschließend wurden die Proben aliquotiert, Nullproben bestimmt und wie vorstehend beschrieben für 3 Wochen gelagert.

Die Ergebnisse sind in Tabelle 3 dargestellt. Auch bei Zusatz von 20 Gew.-% feinpulvriger Isomaltulose waren noch gute Fließeigenschaften festzustellen. Kleinere gebildete Klümpchen zerfielen ohne Kraftaufwand. Die kristalline Isomaltulose ist in dieser Form gut Rieselfähig. Die Rieselfähigkeit ist jedoch geringer wie unter Zusatz von nur 5 Gew.-% feinpulvriger Isomaltulose (siehe b)).

Tabelle 3:

Lagerbedingung [rel. Feuchte]	Wassergehalt [%]	Wasseraktivität [a _w -Wert]	Zustand der Probe
Nullprobe	5,16	0,19	Probe ist voll fließfähig; keine Klumpen
45; ohne Last	5,19	0,39	Probe ist gut fließfähig; es werden keine Klumpen gebildet
45; mit Last	-	-	Proben sind gut fließfähig; kleinere vorhandene Klumpchen zerfallen sofort
60; ohne Last	5,19	0,46	Proben sind gut fließfähig; keine Klumpen vorhanden; feuchter Eindruck
60; mit Last	-	-	Proben sind gut fließfähig; kleine Klumpchen zerfallen sofort; feuchter Eindruck

Ansprüche

1. Kristalline Isomaltulose-Zusammensetzung, enthaltend 1 bis 20 Gew.-% (bezogen auf Gesamttrockensubstanz) Isomaltulose-Feinanteil mit einer Korngröße von weniger als 100 µm.
- 5 2. Kristalline Isomaltulose-Zusammensetzung nach Anspruch 1, enthaltend 1 bis 10 Gew.-% (bezogen auf Gesamttrockensubstanz) Isomaltulose-Feinanteil.
3. Kristalline Isomaltulose-Zusammensetzung nach Anspruch 1 oder 2, enthaltend 1 bis 5 Gew.-% (bezogen auf
10 Gesamttrockensubstanz) Isomaltulose-Feinanteil.
4. Kristalline Isomaltulose-Zusammensetzung nach einem der vorstehenden Ansprüchen, wobei der nicht dem Feinanteil zuzurechnende kristalline Anteil eine Kristallgröße von 0,2 bis 0,6 mm aufweist.
- 15 5. Kristalline Isomaltulose-Zusammensetzung nach Anspruch 4, wobei der nicht dem Feinanteil zuzurechnende kristalline Anteil eine Kristallgröße von 0,3 bis 0,45 mm aufweist.
6. Kristalline Isomaltulose, bestehend aus:
1 bis 5 Gew.-% (bezogen auf Gesamttrockensubstanz) Feinanteil mit
20 einer Korngröße von weniger als 100 µm und
99 bis 95 Gew.-% (bezogen auf Gesamttrockensubstanz) kristalliner Anteil mit einer Kristallgröße von 0,3 bis 0,45 mm.
7. Verfahren zur Herstellung fließfähiger kristalliner Isomaltulose, wobei kristalline Isomaltulose mit einer Kristallgröße

von 0,2 bis 0,6 mm mit in einem Anteil von 1 bis 20 Gew.-%
(bezogen auf Gesamttrockensubstanz) an feinpulvriger Isomaltulose
mit einer Korngröße von weniger als 100 µm vermischt wird.

8. Verwendung von feinpulvriger Isomaltulose mit einer
5 Korngröße von weniger als 100 µm zur Verbesserung und/oder
Erhalt der Fließfähigkeit von Schüttgut.

9. Verwendung nach Anspruch 8, wobei die feinpulvrige
Isomaltulose dem Schüttgut in einem Anteil von 1 bis 20 Gew.-%
(bezogen auf Gesamttrockensubstanz) zugesetzt wird.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2007/003883

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. C07H3/04

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C07H

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 1 550 666 A (UENO SEIYAKU OYO KENKYUJO KK [JP]) 6 July 2005 (2005-07-06) example 1	1-9
A	DE 199 43 491 A1 (SUEDZUCKER AG [DE]) 15 March 2001 (2001-03-15) claim 1; example 2	1-9
A	JP 60 204709 A (LION CORP) 16 October 1985 (1985-10-16) abstract	1-9
A	DE 10 2004 052800 A1 (SUEDZUCKER AG [DE]) 4 May 2006 (2006-05-04) claim 9	1-9

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *&* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

22 August 2007

Date of mailing of the international search report

29/08/2007

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Nikolai, Joachim

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2007/003883

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 1550666	A	06-07-2005	CN 1680575 A	12-10-2005
			JP 2005192449 A	21-07-2005
			US 2005163903 A1	28-07-2005
<hr/>				
DE 19943491	A1	15-03-2001	AT 283705 T	15-12-2004
			AU 779334 B2	20-01-2005
			AU 7652300 A	17-04-2001
			BR 0013885 A	07-05-2002
			CA 2384422 A1	21-03-2001
			WO 0119401 A1	22-03-2001
			EP 1214093 A1	19-06-2002
			ES 2233453 T3	16-06-2005
			JP 2003509384 T	11-03-2003
			MX PA02001679 A	23-10-2002
			NZ 518208 A	27-02-2004
			PT 1214093 T	29-04-2005
			RU 2222349 C2	27-01-2004
			US 6849286 B1	01-02-2005
<hr/>				
JP 60204709	A	16-10-1985	NONE	
<hr/>				
DE 102004052800	A1	04-05-2006	AU 2005300770 A1	11-05-2006
			CA 2586934 A1	11-05-2006
			EP 1814406 A2	08-08-2007
			WO 2006048191 A2	11-05-2006
<hr/>				

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2007/003883

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

INV. C07H3/04

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

C07H

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	EP 1 550 666 A (UENO SEIYAKU OYO KENKYUJO KK [JP]) 6. Juli 2005 (2005-07-06) Beispiel 1	1-9
A	DE 199 43 491 A1 (SUEDZUCKER AG [DE]) 15. März 2001 (2001-03-15) Anspruch 1; Beispiel 2	1-9
A	JP 60 204709 A (LION CORP) 16. Oktober 1985 (1985-10-16) Zusammenfassung	1-9
A	DE 10 2004 052800 A1 (SUEDZUCKER AG [DE]) 4. Mai 2006 (2006-05-04) Anspruch 9	1-9



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung: die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung: die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

22. August 2007

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

29/08/2007

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Nikolai, Joachim

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2007/003883

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 1550666 A	06-07-2005	CN 1680575 A	12-10-2005
		JP 2005192449 A	21-07-2005
		US 2005163903 A1	28-07-2005
DE 19943491 A1	15-03-2001	AT 283705 T	15-12-2004
		AU 779334 B2	20-01-2005
		AU 7652300 A	17-04-2001
		BR 0013885 A	07-05-2002
		CA 2384422 A1	21-03-2001
		WO 0119401 A1	22-03-2001
		EP 1214093 A1	19-06-2002
		ES 2233453 T3	16-06-2005
		JP 2003509384 T	11-03-2003
		MX PA02001679 A	23-10-2002
		NZ 518208 A	27-02-2004
		PT 1214093 T	29-04-2005
		RU 2222349 C2	27-01-2004
		US 6849286 B1	01-02-2005
JP 60204709 A	16-10-1985	KEINE	
DE 102004052800 A1	04-05-2006	AU 2005300770 A1	11-05-2006
		CA 2586934 A1	11-05-2006
		EP 1814406 A2	08-08-2007
		WO 2006048191 A2	11-05-2006