



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) DE 699 18 778 T3 2008.02.28

## (12) Übersetzung der geänderten europäischen Patentschrift

(97) EP 1 004 354 B2

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: **B01F 17/00** (2006.01)

(21) Deutsches Aktenzeichen: **699 18 778.8**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **99 402 933.8**

(96) Europäischer Anmeldetag: **25.11.1999**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **31.05.2000**

(97) Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung beim EPA: **21.07.2004**

(97) Veröffentlichungstag  
des geänderten Patents beim EPA: **18.07.2007**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **28.02.2008**

(30) Unionspriorität:  
**9814962**      **27.11.1998**      **FR**

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,  
LI, LU, MC, NL, PT, SE**

(73) Patentinhaber:  
**Roquette Frères, Lestrem, FR**

(72) Erfinder:  
**Lefevre, Philippe, 59400 Merville, FR; Duriez,  
Xavier, 59270 Saint Jans Cappel, FR; Harris, L.  
Scott, Hamilton, Illinois 62431, US; Steffensmeier,  
Gina A., Salem, Iowa 52649, US**

(74) Vertreter:  
**Weickmann & Weickmann, 81679 München**

(54) Bezeichnung: **Konzentrierte Zusammensetzung aus Polyolen**

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

## Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft eine konzentrierte Zusammensetzung von Polyolen.

[0002] Sie betrifft auch deren Verwendung für die Dispergierung von Hydrokolloiden, wie etwa von Cellulose und deren Derivaten, sowie zur Herstellung von pharmazeutischen oder kosmetischen Produkten, wie insbesondere Zahnpasten.

[0003] Die Zahnpasten enthalten im Allgemeinen ein Schleifmittel, ein Befeuchtungsmittel, Wasser und einen Gelbildner, welcher verwendet wird um eine kremige Konsistenz oder eine Konsistenz von Gel-Typ zu vermitteln, und um einen Träger für all die anderen, in Zahnpasten vorhandenen Bestandteile zu bilden, wie etwa Aromastoffe, Süßstoffe, Konservierungsmittel.

[0004] Die Hauptfunktion des Befeuchtungsmittels besteht darin, eine bestimmte Feuchtigkeit in der Zahnpaste aufrecht zu halten, wenn sie freier Luft ausgesetzt wird, um ein Hartwerden von dieser, und die Ausbildung von Propfen an der Öffnung der Zahnpastentuben zu vermeiden.

[0005] Die am häufigsten verwendeten Befeuchtungsmittel sind Glyzerin und Sorbitol in wässrigen Lösungen, alleine oder in Gemischen. Manchmal wird Xylitol verwendet, aber da das Verfahren zu dessen Erhalt komplexer ist, bleibt es ein teureres Produkt.

[0006] Daher ist es aus wirtschaftlichen Gründen bevorzugt, Sorbitol zu verwenden, das auf dem Markt in Form von Sirupen mit 70 % Trockenmasse erhältlich ist.

[0007] Man verwendet es im Allgemeinen in Anteilen von 20 bis 70 Gew.-% der Zahnpaste. Andererseits ist es wünschenswert, dass das Sorbitol nicht-kristallisierbar ist, um dessen Stabilität vor der Verwendung und eine Stabilität der Zahnpasten bei der Lagerung sicherzustellen.

[0008] Was die Gelbildner anbelangt, verwendet man im Allgemeinen Hydrokolloide wie etwa Guargummi, Guarderivate, Gummirabikum, Karraghene, Xanthane, Methylcellulose, Carboxymethylcellulose, Hydroxyethylcellulose. Man verwendet sie in einem Anteil von 0,1 bis 5 Gew.-%, je nachdem ob man eine Paste oder ein Gel wünscht.

[0009] Natriumcarboxymethylcellulose, üblicherweise als CMC bezeichnet, ist der in Zahnpasten am häufigsten verwendete Gelbildner.

[0010] Bei der Herstellung von Zahnpasten auf Basis eines Sirups von nicht-kristallisierbarem Sorbitol mit 70 % Trockenmasse wird der Gelbildner zuvor in dem Sorbitolsirup dispergiert. Dieser Schritt ist besonders kritisch, da der Gelbildner, obwohl er hydrophil ist, eine Tendenz aufweist, Klumpen zu bilden und zu agglomerieren. In manchen Fällen durchdringt das Wasser diese Klumpen sehr langsam, und eine vollständige Dispergierung des Gelbildners wird erst nach einer erheblichen Zeitspanne erreicht.

[0011] Manche Hersteller umgehen dieses Problem, indem sie sich Mischer mit sehr hoher Scherung anschaffen, aber dieses Material bleibt sehr teuer.

[0012] Dies ist nicht der Fall, wenn man stattdessen Glyzerin als Befeuchtungsmittel auswählt.

[0013] In der Tat verteilt sich der Gelbildner im Glyzerin, das wasserfrei ist und somit dessen Solubilisierung nicht herausfordert, korrekt. Wenn Wasser zu der Formulierung zugefügt wird, quillt der Gelbildner auf und verteilt sich in homogener Weise, wobei ein dickflüssiges Gel gebildet wird. Dies ist der grundsätzliche Vorteil von Glyzerin gegenüber Sorbitol.

[0014] Währenddessen streben viele Hersteller danach, ihre Verwendung von Glyzerin so weit wie möglich zu verringern, aufgrund seiner erhöhten und variablen Kosten, aber auch aufgrund seiner geringen organoleptischen Eigenschaften.

[0015] Wie vorstehend beschrieben, bleibt jedoch für die Hersteller von Zahnpasten, welche danach streben, bevorzugt Sorbitol anstelle von Glyzerin zu verwenden, ein Problem zu lösen.

[0016] Eine im Patent WO 97/48372 vorgeschlagene Lösung besteht darin, Polyollösungen auf Hydrokollo-

idpartikel aufzusprühen, danach die derart erhaltenen Körnchen in einem Fließbett zu trocknen. Die Polymerpartikel können danach in die Zubereitung für eine Zahnpaste aufgenommen werden ohne Klumpen zu bilden. Es bleibt zumindest dabei, dass dieser zusätzliche Schritt zur Zubereitung des Gelbildners die Formulierung von Zahnpasten noch komplizierter macht und von einem wirtschaftlichen Standpunkt her inakzeptabel ist.

**[0017]** Eine andere, in dem Patent US 4,883,537 vorgeschlagene Lösung besteht in der Dispergierung von Hydrokolloid in Wasser, in der Gegenwart einer nicht vernachlässigbaren Menge an Kaliumcarbonat. Es lässt sich leicht rückschließen, dass diese Lösung mit einer Verwendung in einer Zahnpaste inkompatibel ist, einerseits aufgrund der erheblichen Alkalinität von Kaliumcarbonat, und andererseits aufgrund des Wasserzusatzes, der dem Hersteller auferlegt wird.

**[0018]** Um Problemen in Zusammenhang mit einer Agglomeration von Gelbildnern entgegenzutreten, könnte man denken, dass es doch genügen müsste, den Wassergehalt von Sorbitolsirupen so weit wie möglich zu verringern, da man einerseits wusste, dass wenn dieser zu hoch ist Klumpen auftreten, die extrem schwierig zu beseitigen sind, und andererseits, dass wenn der Wassergehalt des Dispergiermediums ausreichend niedrig ist, weder eine Hydratisierung noch ein vorzeitiges Aufquellen des Gelbildners stattfindet, und somit kein Auftreten von Klumpen.

**[0019]** Es kann nun aber schwierig sein, ie Sorbitolsirupe, die bevorzugt als Befeuchtungsmittel verwendet werden, auf eine Konzentration in einer Größenordnung von mehr als 80 % Trockenmasse aufzukonzentrieren. In der Tat werden sie extrem zähflüssig, wenn man das in diesen Sirupen vorhandene Wasser eindampft. Unter diesen Bedingungen ist es erforderlich, auf hoch entwickelte und somit teure Anlagen zurückzugreifen. Des Weiteren haben diese sehr zähflüssigen Produkte den erheblichen Nachteil, dass sie nicht mehr gepumpt werden können, was sie für jegliche industrielle Verwendung ungeeignet macht, insbesondere hinsichtlich Transport, Lagerung und Verwendung dieser Sirupe.

**[0020]** In den Patenten US 3,651,936, 4,728,515, 4,671,961, 4,671,967 wurde vorgeschlagen, für die Herstellung von Nahrungsmitteln wie etwa Kaugummis konzentrierte Zusammensetzungen auf Basis von zusammen eingedampften Sirupen von Stärkehydrolysaten und Glyzerin oder Propylenglycol zu verwenden.

**[0021]** In der Tat erniedrigten das Glyzerin und das Propylenglycol die Viskosität von Stärkehydrolysatsirupen und erleichterten das Abdampfen von Wasser, das diese letzteren enthielten. Diese konzentrierten Zusammensetzungen weisen bei einem Glyzeringehalt von mindestens 25 Gew.-% einen relativ niedrigen Wassergehalt auf. Neben dem Nachteil seiner Kosten weist das Glyzerin nun aber von Natur aus einen astringierenden und unangenehmen Geschmack auf, der den organoleptischen Qualitäten des Endprodukts im Allgemeinen schadet. In ähnlicher Weise wurde im Patent WO 95/04107 vorgeschlagen, Polysaccharide in einem Gemisch von Sorbitol und Glyzerin zu solubilisieren. Die Gegenwart von Sorbitol in hohen Konzentrationen lässt nun aber Kristallisierungsrisiken während der Lagerung vorausahnen. Nachdem das Polysaccharid in niedrigen Konzentrationen (0,1 %) vorhanden ist, ist diese Lösung des Weiteren nicht auf die Herstellung von Zahnpasten anwendbar, welche im Allgemeinen von 1 bis 5 % Gelbildner enthalten.

**[0022]** Gegenstand der Erfindung ist es somit, die Nachteile des bekannten Standes der Technik zu überwinden und eine konzentrierte Zusammensetzung von Polyolen, enthaltend Sorbitol, bereitzustellen, welche mit den Forderungen der Praxis besser übereinstimmt als die bereits existierenden, das heißt, dass sie:

- eine gute Eignung zur Dispergierung von Gelbildnern aufweist, ohne die Bildung von Klumpen, und ohne notwendigerweise hoch entwickelte Anlegen einzusetzen,
- rheologische Eigenschaften aufweist, wie für Handhabung und Transport erwünscht,
- leicht und wirtschaftlich hergestellt werden kann,
- in pharmazeutischen oder kosmetischen Produkten verwendet werden kann, insbesondere in Zahnpasten,
- an sich stabil ist, und geeignet, um den Produkten, welchen sie zugesetzt wird, eine ausreichende Stabilität für die Haltbarkeit zu vermitteln, insbesondere hinsichtlich Kristallisationsphänomenen während der Lagerung.

**[0023]** Und die Anmelderin hatte das Verdienst, nach gründlichen Untersuchungen herauszufinden, dass dieses Ziel erreicht werden kann, wenn die konzentrierte Polyolzusammensetzung einen ausgewählten Wassergehalt und ein besonderes Profil an Kohlehydraten aufweist.

**[0024]** Die Anmelderin hat in der Tat festgestellt, dass bei erhöhten Trockenmassen auf überraschende und unerwartete Weise bei der Dispergierung von Gelbildnern ein neues Phänomen auftrat: während eines ersten

Zeitraums verteilt sich der Gelbildner wie erwartet leicht, aber während eines zweiten Zeitraums absorbiert er das vorhandene Wasser. Dies entspricht einer erheblichen Erhöhung der Trockenmasse des Mediums mit einer daraus resultierenden Kristallisation von Polyolen, was in einem Abbinden des Gemisches insgesamt resultiert.

**[0025]** Auf unerwartete Weise, und wie außerdem mittels Beispielen ausgeführt werden wird, ermöglicht somit in der Tat nur ein genaues Intervall an Wassergehalten der Polyolzusammensetzung einen Gelbildner günstig zu dispergieren.

**[0026]** Man bringt zwischen 12 und 16 % Wasser ein um die vorstehend genannten Probleme am besten zu vermeiden.

**[0027]** Im Patent AU 642.177, das an die Anmelderin erteilt ist, war es bereits bekannt, Sirupe von Maltitol und Xylitol bis zu Wassergehalten von 7 bis 10 % aufzukonzentrieren. Der erhöhte Gehalt an hydrierten Disacchariden in diesen Sirupen, welche für Nahrungsverwendungen vorgesehen sind, bringt nun aber eine erhebliche Viskosität von diesen mit sich. Andererseits enthalten diese Sirupe praktisch kein Sorbitol und entsprechen nicht notwendigerweise den wirtschaftlichen und funktionalen Forderungen der Hersteller von pharmazeutischen oder kosmetischen Zubereitungen, und insbesondere der Hersteller von Zahnpasten.

**[0028]** Andere konzentrierte Maltitolsirupe sind auch in dem Patent EP 0 072 080 beschrieben worden, zur Herstellung von Gelen, unter Verwendung von sehr geringen Mengen an Carboxymethylcellulose.

**[0029]** Diese Sirupe, die an Molekülen mit einem Polymerisationsgrad von 2 und darüber sehr reich sind, sind sehr zähflüssig. In der Tat weiß man, dass die Viskosität mit dem Molekulargewicht der in diesen Sirupen enthaltenen Polyole korreliert.

**[0030]** Man kennt auch viskose Xylitolzusammensetzungen, beschrieben in dem Patent US 5,728,225, das ebenfalls an die Anmelderin erteilt ist. Diese Zusammensetzungen ohne Sorbitol haben eine ungeeignete Viskosität.

**[0031]** Das Problem, das sich somit im Hinblick auf eine Aufkonzentrierung von Sorbitolsirupen stellt, betrifft die Stabilität und Pumpbarkeit der resultierenden Zusammensetzungen, wobei die Trockenmasse an die zufrieden stellende Dispergierbarkeit von Gelbildnern angepasst ist, wobei diese drei Kriterien im bekannten Stand der Technik niemals zusammen erfüllt worden waren.

**[0032]** Die Anmelderin hat nunmehr gezeigt, dass die Kriterien von Stabilität und Pumpbarkeit erfüllt werden konnten, sobald die Polyolzusammensetzungen, mit einer an das Kriterium der Dispergierbarkeit angepassten Trockenmasse, ein besonderes Kohlehydratprofil aufwiesen.

**[0033]** Die Erfindung betrifft somit primär eine konzentrierte Zusammensetzung von Polyolen, welche dadurch gekennzeichnet ist, dass ihr Wassergehalt zwischen 12 und 16 % liegt, und dass sie umfasst:

- 35 bis 90 % hydrierte Monosaccharide, davon mindestens 30 % Sorbitol,
- 0 bis 45 % hydrierte Disaccharide, wobei diese Prozentangaben als Trockengewicht, bezogen auf das Trockengewicht der gesamten in der Zusammensetzung enthaltenen Saccharide ausgedrückt sind.

**[0034]** Bevorzugt weist diese Zusammensetzung einen Gehalt an hydrierten Monosacchariden auf, der zwischen 40 und 90 % liegt, davon mindestens 35 % Sorbitol, und einen Gehalt an hydrierten Disacchariden, der zwischen 0 und 35 % liegt.

**[0035]** Noch stärker bevorzugt weist sie einen Gehalt an hydrierten Monosacchariden auf, der zwischen 60 und 90 % liegt, davon mindestens 50 Sorbitol, und einen Gehalt an hydrierten Disacchariden, der zwischen 2 und 35 % liegt.

**[0036]** Die Anmelderin hat in der Tat gezeigt, im Verlauf von langen Untersuchungsarbeiten, dass man durch Auswählen dieser besonderen Skala an Wassergehalten, in Assoziation mit diesem besonderen Kohlehydratprofil, erfindungsgemäße Polyolzusammensetzungen erhält, welche perfekt für eine leichte Dispergierung von Hydrokolloiden passen.

**[0037]** Unter einem "hydrierten Monosaccharid" im Sinne der vorliegenden Erfindung wird ein Produkt verstanden, welches bevorzugt aus der Gruppe, umfassend Sorbitol, Mannitol, Xylitol, Arabitol, Iditol, Ribitol und

deren Gemischen ausgewählt ist.

**[0038]** Bevorzugt ist das hydrierte Monosaccharid aus Sorbitol, Mannitol und Gemischen davon ausgewählt.

**[0039]** Unter einem "hydrierten Disaccharid" wird ein Produkt verstanden, welches bevorzugt aus der Gruppe, umfassend Maltitol, Lactitol, Glucosido-1,6-mannitol, Isomaltitol, Cellobiitol und Gemischen davon ausgewählt ist.

**[0040]** Bevorzugt besteht das hydrierte Disaccharid aus Maltitol. Die erfindungsgemäße Zusammensetzung kann weiterhin andere hydrierte Saccharide enthalten, wie insbesondere die hydrierten Oligo- und Polysaccharide. Insbesondere sind Gehalte von 10 bis 19 Gew.-% an Polysacchariden mit einem Polymerisationsgrad von größer oder gleich 3 günstig.

**[0041]** Neben den hydrierten Sacchariden wie den beschriebenen kann diese Zusammensetzung auch herkömmliche Additive für pharmazeutische oder kosmetische Produkte enthalten, wie etwa beispielsweise Poliermaterialien, Verdickungsmittel, oberflächenaktive Mittel, fluorierte Verbindungen, Aromastoffe, Süßstoffe, Farbstoffe oder Bleichmittel, Konservierungsmittel, Silikone.

**[0042]** Gemäß einer vorteilhaften Ausführungsform der erfindungsgemäßen Zusammensetzung weist diese eine Viskosität, gemessen bei 45°C, von weniger als 10.000 mPa·s, bevorzugt von weniger als 5.000 mPa·s, und noch stärker bevorzugt zwischen 500 und 4.500 mPa·s auf.

**[0043]** In der Tat können im Allgemeinen nur diejenigen Zusammensetzungen, welche derartige Viskositäten aufweisen, als pumpbar erachtet werden, ohne Überhitzungsprobleme bei industriellen Pumpen.

**[0044]** Was die Viskositätsmessung anbelangt, wird diese mittels eines Rheometers vom Typ ARES, kommerziell erhältlich von der Firma RHEOMETRIC SCIENTIFIC (US) ausgeführt.

**[0045]** Dieses Rheometer ist mit einem Meßsystem vom Typ Konus-Platte und einem thermostatischen System ausgestattet.

**[0046]** Die zu testenden Lösungen werden auf eine bewegliche thermostasierte Platte aufgebracht. Man misst die Widerstandsfähigkeit des Produkts gegenüber Scherung zwischen dem Konus und der Platte in Rotation bei einer gegebenen Temperatur.

**[0047]** Die Ergebnisse werden in mPa·s ausgedrückt.

**[0048]** Es ist wichtig, die Viskosität jeweils in Abhängigkeit von der Temperatur, bei der sie gemessen worden ist, anzugeben, da sie davon direkt abhängig ist.

**[0049]** Gemäß einer anderen Variante liegt die erfindungsgemäße Zusammensetzung bei einer Temperatur von mehr als 20°C, bevorzugt zwischen 30 und 55°C vor. Dieses charakteristische Merkmal ermöglicht es nicht nur, den drei gesuchten Eigenschaften, d.h. Stabilität, angepasste Pumpbarkeit und leichte Dispergierung von Gelbildnern zu entsprechen, sondern es ist auch besonders vorteilhaft für die Anwender und insbesondere für die Hersteller von Zahnpasten, welche ihre Zubereitungen im Warmen ausführen. In der Tat ermöglicht die Lieferung einer warmen Polyolzusammensetzung den Anwendern, sich eines zusätzlichen Erwärmungsschritts zu entledigen.

**[0050]** Demgemäß ist die erfindungsgemäße Zusammensetzung bei einer Temperatur zwischen 30 und 55°C besonders vorteilhaft.

**[0051]** Um eine erfindungsgemäße Zusammensetzung herzustellen, kann man ein Sirup herstellen, ausgehend von besonderen Polyolen im pulverförmigen oder flüssigen Zustand, oder Zusammensetzungen von besonderen Sacchariden hydrieren, danach das in den derart hergestellten Zusammensetzungen enthaltene Wasser abdampfen bis ein Wassergehalt zwischen 12 und 16 Gew.-% erreicht wird. Dieser Abdampfschritt kann bewirkt werden unter Verwendung von herkömmlichen Vorrichtungen, von denen man diejenigen angeben kann, welche von der Firma APV Equipment Incorporated of Tonawanda N.Y. unter der Markenbezeichnung "PARAVAP" kommerziell erhältlich sind.

**[0052]** Man kann eine erfindungsgemäße Zusammensetzung herstellen, welche außerdem einen geringen

Gehalt an reduzierenden, gegenüber Alkali stabilen Zuckern aufweist, was ermöglicht, sie insbesondere in Zahnpasten zu verwenden, die basische Verbindungen enthalten.

**[0053]** Diese Zusammensetzung, vom Fachmann gewöhnlich als "zuckerfrei" bezeichnet, weist einen Gehalt an reduzierenden Zuckern im Allgemeinen von weniger als 1.000 ppm, und bevorzugt von weniger als 500 ppm auf.

**[0054]** Gemäß einer anderen Ausführungsform kann die erfindungsgemäße Zusammensetzung Glyzerin in geringen Anteilen enthalten, nämlich von höchstens 24 Gew.-% der Zusammensetzung, auf eine Weise, um die Fluidität der Zusammensetzung weiter zu verbessern, falls erforderlich. Glyzeringehalte in einer Größenordnung von 5 bis 10 Gew.-% können passend sein.

**[0055]** Demzufolge verfügt man von jetzt ab für die Dispergierung von Hydrokolloiden wie insbesondere von Cellulose und ihren Derivaten ein allgemeines, neues und erfinderisches Mittel, welches aus konzentrierten und ausgewählten Zusammensetzungen von Polyolen, wie die vorstehend beschriebenen, besteht.

**[0056]** Diese Zusammensetzungen können somit günstig bei der Herstellung von Zahnpasten verwendet werden, und in zahlreichen pharmazeutischen oder kosmetischen Zubereitungen, wie etwa Sirupen, Gelen, Cremes, Mundspülungen, verwendet werden. Sie können auch in diversen chemischen oder agrochemischen Industrien verwendet werden.

**[0057]** Die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen haben weitere Vorteile für den industriellen Sektor, welche die Verringerung von Transportkosten durch Verringerung der zu transportierenden Wassermenge, die Verringerung von Lagervolumina, sowie die Verringerung von Gefahren hinsichtlich mikrobieller Kontamination sind.

**[0058]** Die zu ihrer Verwendung erforderliche Zeitdauer ist ebenfalls verringert, aufgrund der Optimierung der Dispergierschritte in Verbindung mit einer geringeren Gegenwart von Wasser, sowie durch die Verbesserung der Dispergierdauer von Hydrokolloiden mit niedrigerer Viskosität.

**[0059]** Die Erfindung wird mit Hilfe der nachfolgenden Beispiele besser verstanden werden, welche nicht einschränkend sein sollen und lediglich auf bestimmte Ausführungsformen und bestimmte vorteilhafte Eigenschaften der erfindungsgemäßen Zusammensetzungen hinweisen.

#### BEISPIEL 1

##### Test zur Dispergierung eines Gelbildners

**[0060]** Man stellt eine Polyolzusammensetzung her, deren Kohlehydratprofil wie folgt ist:

- hydrierte Monosaccharide = 41,3 %/Trockenmasse, wovon Sorbitol = 38,8 %
- hydrierte Disaccharide = 32 %/Trockenmasse

**[0061]** Die Trockenmasse dieser Zusammensetzung beträgt 74,2 Gew.-%. Diese Zusammensetzung wird zu verschiedenen Trockenmassen aufkonzentriert: 82 %, 85 %, 86,7 %, 91 %, 92 %.

**[0062]** In einem Edelstahltopf mit doppeltem Mantel, der mittels eines Zirkulationsbads auf 45°C erwärmt wird, gießt man 200 g der zu testenden Poyolzusammensetzung, welche aus einem Wasserbad mit 45°C kommt.

**[0063]** Unter Rühren bei 200 UpM gibt man 8 g CMC zu, kommerziell erhältlich unter der Markenbezeichnung BLANOSE® 7MXF von der Firma HERCULES. Man hält 20 Minuten unter Rühren.

**[0064]** Man gibt 200 g Wasser zu und röhrt weitere 20 Minuten bei 200 UpM.

**[0065]** Man beobachtet das Aussehen des Gemisches.

Ergebnisse	
Wassergehalt der Zusammensetzungen	Beobachtungen
25,8 % 18 %	Gegenwart von Klumpen Gegenwart von Klumpen
15 % 13,3 %	Gute Dispergierung. Keine Klumpen. Nach 40 min Bewegung wird ein homogenes Gel erhalten Gute Dispergierung. Keine Klumpen. Nach 40 min Bewegung wird ein homogenes Gel erhalten
9 %	Rasches Abbinden nach Zugabe der CMC

**[0066]** In Analogie zu Glyzerin könnte man annehmen, dass die Erniedrigung des Wassergehaltes der Zusammensetzungen die Dispergierung der CMC erleichterte, und dass die Produkte mit weniger Wasser die besten sein sollten. Dem ist jedoch nicht so, da auf unerwartete Weise ein zweites Phänomen auftrat, nämlich dass man bei Wassergehalten von weniger als 10 % während eines ersten Zeitraums eine korrekte Dispergierung der CMC beobachtete, praktisch unmittelbar gefolgt von einem Abbinden der Lösung.

**[0067]** Es ist somit günstig, die Polyolsirupe auf Wassergehalte aufzukonzentrieren, die zwischen 10 und 17 % ausgewählt sind, um eine gute Dispergierbarkeit des Hydrokolloids zu gewährleisten.

## BEISPIEL 2

### Stabilität und Viskosität einer erfindungsgemäßen Zusammensetzung

**[0068]** Eine Polyolzusammensetzung, deren Ausgangstrockenmasse 70 % betrug, wurde auf verschiedene Trockenmassen aufkonzentriert. Das Kohlehydratprofil der Zusammensetzung ist wie folgt: Sorbitol: 83 % (Prozentanteile ausgedrückt in Gewicht, bezogen auf Trockenmasse)

Mannitol Maltitol	1,2 % 4,2 %
----------------------	----------------

**[0069]** Mit jeder erhaltenen Zusammensetzung wurde durchgeführt

- eine Stabilitätsuntersuchung während eines Monats bei 45°C
- eine Viskositätsmessung bei 45°C

**[0070]** Die Stabilitätsuntersuchung besteht darin, zu überprüfen, ob während eines Monats eine Kristallisation der bei 45°C gelagerten Zusammensetzungen auftritt oder nicht. Die Viskositäten der verschiedenen Zusammensetzungen wurden mittels eines Rheometers vom Typ ARES, kommerziell erhältlich von der Firma RHEOMETRIC SCIENTIFIC (US), gemessen.

**[0071]** Man erhält die nachfolgenden Ergebnisse:

Wassergehalt (Gew.-%)	Viskosität bei 45°C (mPa·s)	Stabilität bei 45°C nach 1 Monat
30	45	keine Kristallisation
19	395	keine Kristallisation
18	490	keine Kristallisation
14,5	980	keine Kristallisation
10	392	KRISTALLISATION nach 15 Tagen

**[0072]** Für alle Zusammensetzungen sind die Viskositäten bei 45°C relativ niedrig: bei allen getesteten Trockenmassen sind die Produkte pumpbar (Viskosität unter 10.000 mPa·s).

**[0073]** Die Zusammensetzungen sind 1 Monat bei 45°C stabil, aufgrund der Wassergehalte oberhalb von 10 %. Diese haben einen erhöhten Gehalt an Sorbitol (82,4 Gew.-%/Trockenmasse), was die Kristallisation begünstigt: dies ist somit ein für den Test ungünstiger Gehalt. Um die Stabilität bei niedrigeren Wassergehalten

zu erhöhen, wurde überlegt, den Gehalt an hydrierten Disacchariden erheblich zu erhöhen.

**[0074]** Zum Vergleich misst man bei verschiedenen Temperaturen die Viskosität eines nicht-kristallisierbaren, an Maltitol reichen Sirups, welches von der Anmelderin unter der Markenbezeichnung LYCASIN® 80/55 kommerziell erhältlich ist, aufkonzentriert auf 85 % Trockenmasse, und dessen Kohlehydratprofil wie folgt ist:

- hydrierte Monosaccharide: 8 %/Trockenmasse
- hydrierte Disaccharide: 55 %/Trockenmasse
- Oligo- und Polysaccharide: 37 %/Trockenmasse

**[0075]**

Temperatur	Viskosität (mPa·s)
30°C	250.000
40°C	70.000
50°C	23.000
60°C	8.000

**[0076]** Diese Daten zeigen, dass die an Maltitol reichen Sirupe nicht pumpbar sind, wenn sie auf eine erhöhte Trockenmasse aufkonzentriert werden, außer man erwärmt sie auf 60°C oder darüber.

BEISPIEL 3

**[0077]** Man stellt eine erfindungsgemäße Zusammensetzung her, indem man ein Sorbitolsirup, welches das gleiche Kohlehydratspektrum wie das von Beispiel 2 aufweist, von anfänglich 30 % Wasser auf 14,5 % Wasser aufkonzentriert.

**[0078]** Man misst die Viskosität, die Stabilität der Zusammensetzung und die Dispergierbarkeit von CMC in der Zusammensetzung bei 45°C, gemäß den vorstehend beschriebenen Techniken.

Viskosität der Zusammensetzung: 980 mPa·s

Stabilität bei 45°C nach 1 Monat: keine Kristallisation

Dispergierung von CMC: Keine Klumpen. Erhebliches Dickwerden nach der Zugabe der CMC.

**[0079]** Die hier getestete erfindungsgemäße Zusammensetzung, welche 84,2 Gew.-%/Trockenmasse an hydrierten Monosacchariden, 4,2 Gew.-%/Trockenmasse an hydrierten Disacchariden und 14,5 Gew.-% Wasser umfasst, ist somit gleichzeitig stabil, pumpbar, und ermöglicht eine Dispergierung von CMC, was nicht möglich war mit:

- einem nicht aufkonzentriertem Sorbitolsirup aus dem bekannten Stand der Technik,
- einem Sorbitolsirup mit dem gleichen Kohlehydratspektrum, das aber auf einen Wassergehalt von mehr als 17 % oder weniger als 10 % aufkonzentriert worden war,
- einem Polyolsirup mit einem Wassergehalt zwischen 10 und 17 %, dessen Kohlehydratprofil jedoch verschieden war, nämlich mit einem Gehalt von mehr als 35 % hydrierten Disacchariden und/oder weniger als 30 % Sorbitol.

**[0080]** Nur die von der Anmelderin spezifisch ausgewählten Zusammensetzungen entsprechen vollkommen der Gesamtheit der Anforderungen der industriellen Praxis.

**[0081]** Des Weiteren können sie mit 45°C geliefert werden, und von den Herstellern von pharmazeutischen oder kosmetischen Produkten, die an dieser Verwendung der Zusammensetzungen im Warmen interessiert sind, direkt bei einer solchen Temperatur verwendet werden.

BEISPIEL 4: Herstellung von Zahnpasten

**[0082]** Man stellt eine Zahnpaste A auf Basis eines erfindungsgemäßen Sorbitolsirups mit 85 % Trockenmasse her, welche man mit einer Zahnpaste B, hergestellt mit einem Sorbitolsirup aus dem bekannten Stand der Technik, vergleicht.

Formel	A	B
Sorbitolsirup mit 70 % Trockenmasse		64 %
Sorbitolsirup mit 85,8 % Trockenmasse	52,2 %	
Siliziumoxid-Schleifmittel Tixosil 73	14 %	14 %
Siliziumoxid-Verdickungsmittel Tixosil 43	9 %	9 %
Texapon mit 30 % Trockenmasse	4,16 %	4,16 %
CMC: Blanose 7 MXF	0,7 %	0,7 %
Natriumsaccharinat	0,2 %	0,2 %
Natriummonofluorphosphat	0,76 %	0,76 %
Minzearoma Silésia	0,8 %	0,8 %
grüner Farbstoff (1-prozentige Lösung)	1 %	1 %
Methylparaben	0,18 %	0,18 %
Propylparaben	0,02 %	0,02 %
Wasser	16,98 %	5,18 %

## Protokoll.

## Paste A:

**[0083]** Man erwärmt das Wasser bei 65°C in einem Becherglas und bringt die Parabene in Lösung. Man kühlt auf 50°C ab, danach bringt man das Saccharinat und das Monofluorphosphat in Lösung. Man erhält eine Lösung A1.

**[0084]** Man legt das erfindungsgemäße Sorbitolsirup unter Bewegung bei 470 UpM in einer Vakuummischvorrichtung der Markenbezeichnung GUEDU, Typ 4,5NO (kommerziell erhältlich von der Firma GUEDU, 21140 SEMUR en AUXOIS) vor, die mit einem einfachen Rührblatt am Wannenboden ausgestattet ist. Man gibt die CMC zu und mischt während 5 Minuten. Man erhält eine Lösung A2.

**[0085]** Man gibt die Lösung A1 zu der Lösung A2 zu, mischt während 5 Minuten, danach lässt man unter Abkühlen der Mischvorrichtung 30 Minuten ruhen.

**[0086]** Danach gibt man den Farbstoff und das Aroma zu und mischt während 5 Minuten unter Vakuum.

**[0087]** Man gibt die Hälfte der Siliziumoxide zu und mischt während 10 Minuten unter Vakuum.

**[0088]** Man gibt die zweite Hälfte der Siliziumoxide zu und mischt während 10 Minuten unter Vakuum.

**[0089]** Zum Schluss gibt man das Texapon zu, danach mischt man 2 Minuten 30 Sekunden unter Vakuum.

## Paste B:

**[0090]** Man erwärmt das Wasser bei 50°C in einem Becherglas und bringt das Saccharinat und das Monofluorphosphat in Lösung. Man erhält eine Lösung B1.

**[0091]** Man erwärmt das Sorbitolsirup aus dem bekannten Stand der Technik auf 80°C und bringt die Parabene in Lösung.

**[0092]** Man kühlt die Lösung auf 50°C ab und man gibt sehr langsam die CMC unter sehr starkem Rühren zu, in einem Homogenisator Polytron, kommerziell erhältlich von der Firma Suisse KINEMATICA, eingestellt auf 12.000 UpM. Man erhält eine Lösung B2.

**[0093]** Man gibt die Lösung B1 zu B2 zu, mischt während 5 Minuten, danach bringt man diese Lösung in eine Mischvorrichtung GUEDU ein und lässt sie 30 Minuten ruhen.

**[0094]** Das Zugabeprotokoll des Aromas und der Siliziumoxide ist danach das gleiche wie für die Paste A.

## Ergebnisse:

**[0095]** Die mit der erfindungsgemäßen Zusammensetzung hergestellte Paste ist vollkommen zufrieden stellend. Sie erscheint stärker glänzend als die mit dem Standardsirup hergestellte.

**[0096]** Die Hélipath-Viskosität bei 40°C nach der Herstellung beträgt 460.000 cps.

**[0097]** Die Hélipath-Viskosität bei 20°C 24 Stunden nach der Herstellung beträgt 450.000 cps.

**[0098]** Der Brechungsindex ist für die zwei Pasten ähnlich:

$$A = 1,4462$$

$$B = 1,4457$$

**[0099]** Es ist weiterhin zu bemerken, dass die Verwendung der erfindungsgemäßen Zusammensetzung es ermöglicht, dass man vorteilhaft über eine größere Menge an freiem Wasser für die Auflösung von Wirkstoffen verfügt.

**[0100]** Auf die gleiche Weise stellt man eine Zahnpaste her, deren Formel sich nur dadurch unterscheidet, dass die Siliziumoxide durch Calciumcarbonat ersetzt sind.

**[0101]** Das Sorbitolsirup aus dem bekannten Stand der Technik ist ein gegenüber alkalischen Substanzen beständiges Sorbitolsirup, kommerziell erhältlich von der Anmelderin unter der Markenbezeichnung NEOSORB® 70/70 SB. Dieses Sirup ist erfindungsgemäß auf eine Trockenmasse von 85,8 % aufkonzentriert.

**[0102]** Die Formel der Paste ist wie folgt:

	A	B
NEOSORB® 70/70 SB mit 70 % Trockenmasse	35,7 %	
NEOSORB® 70/70 SB mit 85,8 % Trockenmasse		29,10 %
Calciumcarbonat	45 %	45 %
Texapon mit 30 % Trockenmasse	5,66 %	5,66 %
Blanose 7 MXF	1,15 %	1,15 %
Natriumsaccharinat	0,2 %	0,2 %

**[0103]**

Natriummonofluorophosphat	0,8 %	0,8 %
Minzearama Silésia	1 %	1 %
Methylparaben	0,18 %	0,18 %
Propylparaben	0,02 %	0,02 %
Wasser	16,89 %	10,29 %

**[0104]** Das Protokoll ist identisch mit dem der vorstehenden Pasten.

**[0105]** Die Ergebnisse sind ebenfalls sehr zufrieden stellend. Die Hélipath-Viskosität der erfindungsgemäßen Paste nach der Herstellung bei 42°C beträgt 340.000 cps, und bei 20°C 12 Stunden nach der Herstellung 600.000 cps.

**[0106]** Auf gleiche Weise steigt die Menge des verfügbaren freien Wassers, wenn man die erfindungsgemäße Zusammensetzung verwendet.

## BEISPIEL 5: Stabilitätsuntersuchung bei 45°C

**[0107]** Man untersucht die Stabilität einer bei 45°C gelagerten erfindungsgemäßen Zusammensetzung in Bezug auf die Farbe und die Zusammensetzung.

**[0108]** Dazu stellt man ein gegenüber Wärme und Alkali stabiles Sorbitolsirup her, kommerziell erhältlich von

der Anmelderin unter der Markenbezeichnung NEOSORB® 70/70 SB, das man auf einem Fertigmacher auf 85 % Trockenmasse bringt.

**[0109]** Dieses Sirup wird 4 Monate lang in einem Warmhaltebehälter gelagert, bei einer Temperatur von etwa 45°C.

**[0110]** Während dieser Lagerung wurde visuell keine Veränderung beobachtet: kein Auftreten von Kristallen, keine gelbliche Verfärbung.

**[0111]** Nach 15 Tagen, 1 Monat, 2 Monaten und 4 Monaten Lagerung wurden Proben dieses Sirups für eine vergleichende Analyse entnommen.

**[0112]** Die Ergebnisse sind die folgenden:

Lagerungsdauer	0	15 Tage	1 Monat	2 Monate	4 Monate
Brechungsindex	1,4940	1,4946	1,4944	1,4946	1,4940
Trockenmasse	85,4 %	85,5 %	85,5 %	85,7 %	85,3 %
reduzierende Zucker (ppm/Trockenmasse)	180 ppm	250 ppm	150 ppm	210 ppm	180 ppm
pH-Wert	6,0	5,6	5,7	6,0	5,4
Verfärbung Icum-sa	5		5		5

**[0113]** Die erfindungsgemäße Zusammensetzung veränderte sich während 4-monatiger Lagerung bei 45°C nicht; sie erschien bei dieser Temperatur sehr stabil zu sein.

**[0114]** Man kann sich somit bestens vorstellen, diese Zusammensetzung bei dieser Temperatur zu lagern und auszuliefern.

### Patentansprüche

1. Konzentrierte Zusammensetzung von Polyolen, **dadurch gekennzeichnet**, dass ihr Wassergehalt zwischen 12 und 16 % liegt, und dass sie umfasst:

– 35 bis 90 % hydrierte Monosaccharide, davon mindestens 30 % Sorbitol,

– 0 bis 45 % hydrierte Disaccharide, wobei diese Prozentangaben als Trockengewicht, bezogen auf das Trockengewicht der gesamten in der Zusammensetzung enthaltenen hydrierten Saccharide ausgedrückt sind.

2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass ihr Gehalt an hydrierten Monosacchariden zwischen 40 und 90 % liegt, davon mindestens 35 % Sorbitol, und dass ihr Gehalt an hydrierten Disacchariden zwischen 0 und 35 % liegt.

3. Zusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass ihr Gehalt an hydrierten Monosacchariden zwischen 60 und 90 % liegt, davon mindestens 50 % Sorbitol, und dass ihr Gehalt an hydrierten Disacchariden zwischen 2 und 35 % liegt.

4. Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass sie einen Gehalt an reduzierenden Zuckern von weniger als 500 ppm, bezogen auf Trockengewicht, aufweist.

5. Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass sie eine Temperatur von mehr als 20°C, bevorzugt zwischen 30 und 55°C aufweist.

6. Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass sie weiterhin 10 bis 19 Gew.-% hydrierte Polysaccharide mit einem Polymerisationsgrad von größer oder gleich 3 umfasst.

7. Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass sie weiterhin Glyzerin in einer Menge von kleiner oder gleich 24 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht der Zusammensetzung, umfasst.

8. Verwendung einer Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 7 als Medium zur Dispergierung von Hydrokolloiden, und insbesondere von Cellulose und deren Derivaten.
9. Verwendung einer Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 7 zur Herstellung von pharmazeutischen oder kosmetischen Produkten.
10. Verwendung einer Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 7 zur Herstellung einer Zahnpaste.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen