



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0710247-0 B1

(22) Data do Depósito: 03/05/2007

(45) Data de Concessão: 21/06/2016



* B R P I 0 7 1 0 2 4 7 B 1 *

(54) Título: ISOMALTULOSE COM CAPACIDADE DE ESCOAMENTO APERFEIÇOADA

(51) Int.Cl.: C07H 3/04

(30) Prioridade Unionista: 08/05/2006 DE 10 2006 022 506.6

(73) Titular(es): SÜDZUCKER AKTIENGELLSCHAFT MANNHEIM/OCHSENFURT

(72) Inventor(es): JÖRG KOWALCZYK, JÖRG BERNARD, TILLMANN DÖRR

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para:

"ISOMALTULOSE COM CAPACIDADE DE ESCOAMENTO APERFEIÇOADA"

Relatório Descritivo

A invenção se refere a um produto de isomaltulose
5 cristalina, como material a granel, que apresenta
propriedades de escoamento aperfeiçoadas e que não tende à
solidificação pelo tempo, processo para a produção desse
produto, assim como a uma nova aplicação de isomaltulose.

Estado da Técnica

10 A isomaltulose (também designada como Palatinose®) é
um dissacarídeo com uma ligação α -1,6-glicosídica de
glicose e frutose (6-O- α -D-glicopiranosil-frutofuranose).
Isomaltulose é empregada, na indústria de alimentos e na
indústria farmacêutica, como adoçante, material de veículo
15 e/ou preenchedor. Um importante campo de aplicação de
isomaltulose é a substituição de sacarose. A isomaltulose é
armazenada e processada, tal como sacarose ou outros
materiais substitutos de açúcar, freqüentemente, em forma
cristalina, como material a granel solto. A isomaltulose
20 cristalina deve apresentar melhor capacidades de
armazenamento e propriedades de escoamento possíveis, tal
como outros materiais substitutos de açúcar, a fim de poder
ser alimentada em instalações de processamento adequadas e

adaptadas para esses materiais, sem que sejam necessárias maiores adaptações técnicas de processo ou modificações de construção nas instalações.

Ao contrário de outros materiais de substituição de
5 açúcar, a isomaltulose é pouco higroscópica; por
consequente, pode-se esperar uma elevada estabilidade ao
armazenamento. De maneira inesperada, a isomaltulose exhibe,
contudo, o efeito desvantajoso da assim chamada
"solidificação pelo tempo". No caso desse fenômeno, os
10 cristais de isomaltulose "se aglutinam" uns com os outros
para formar grumos ou aglomerados. Tais grumos ou
aglomerados atrapalham a capacidade de escoamento do
produto, no caso do processamento posterior. Por exemplo, a
isomaltulose é armazenada em sacos ou nos assim chamados
15 "big packs" e o conteúdo dos sacos é carregado ao
processamento por máquinas da instalação, por meio de
tremônhas de alimentação ou vazamento. Os aglomerados
formados dificultam o esvaziamento dos sacos e atrapalham o
escoamento do material a granel para a tremonha de
20 alimentação. Usualmente, portanto, são necessárias etapas
de processamento mecânico adicionais, a fim de se carregar
a isomaltulose armazenada e aglomerada ao processamento por
máquinas.

Alternativamente, a isomaltulose é armazenada em silos

de material a granel. Ali, ocorre igualmente a solidificação pelo tempo. Assim, a isomaltulose tende, em silos de fluxo nuclear, a formar poços. Um armazenamento em silo de isomaltulose é nitidamente dificultado e, em
5 determinados tipos de silos, é inconveniente. Precauções adicionais, no caso de armazenamento em silo, tais como recirculações periódicas dentro do silo, têm que ser efetuadas.

Investigações sistemáticas mostram que solidificações
10 massivas pelo tempo ocorrem já depois de curtos tempos de armazenamento, cerca de 48 horas. Além disso, mostra-se que o prolongamento posterior da duração de armazenamento para além de alguns dias (por exemplo, 240 horas) aumenta a extensão inicial da solidificação pelo tempo somente de
15 maneira insignificante. Em comparação com outros materiais a granel, que, de maneira conhecida, tendem igualmente à solidificação pelo tempo, a solidificação pelo tempo no caso da isomaltulose se dá, de modo desvantajoso, muito rapidamente. A solidificação pelo tempo de isomaltulose é,
20 além disso, essencialmente independente do teor de umidade usual da isomaltulose armazenada e das condições de armazenamento usuais. O teor de umidade e condições de armazenamento não têm, desvantajosamente, qualquer influência suficiente sobre a solidificação pelo tempo e a

capacidade de escoamento da isomaltulose. Não são conhecidas quaisquer condições de armazenamento usualmente disponíveis, nas quais seja suficientemente reduzida a solidificação pelo tempo indesejada.

5 Existe a necessidade de se obter isomaltulose cristalina como material a granel em forma capaz de escoar e ser armazenada em silo, sem que ocorra, durante o armazenamento, uma solidificação pelo tempo desvantajosa.

10 A fim de se obter a capacidade de escoamento de materiais a granel, para o armazenamento e o processamento no setor de alimentos e no farmacêutico, estão disponíveis, usualmente, os assim chamados "agentes anti-aglutinantes" ou "agentes auxiliares de escoamento" (agente anti-aglutinante). Agentes auxiliares de escoamento conhecidos
15 são silicatos, aluminossilicatos, polissiloxanos, fosfatos, hidrogeno carbonato de sódio ou pó de amido. No caso desses materiais auxiliares é desvantajoso que eles contaminem o produto de partida e/ou que apresentem propriedades químicas, que conduzam a desvantagens durante o
20 processamento do produto. Além disso, é necessário declarar tais materiais auxiliares no produto alimentício acabado ou no produto farmacêutico acabado.

Proposição da Tarefa

Partindo-se do estado da técnica, o problema técnico,

que serve de base para a presente invenção, consiste essencialmente em se preparar isomaltulose cristalina capaz de escoar, que, sem a adição de materiais estranhos ou auxiliares, tais como agentes anti-aglutinantes e agentes
5 de auxiliares de escoamento, mantenha sua capacidade de escoamento e não possua qualquer tendência à solidificação pelo tempo.

Além disso, o problema técnico consiste em se preparar um agente anti-aglutinante ou agente auxiliar de
10 escoamento, que obtenha e aperfeiçoe a capacidade de escoamento de isomaltulose cristalina e de produtos similares e que evite ou reprima a tendência para a solidificação pelo tempo.

O problema técnico que serve de base é solucionado de
15 acordo com a invenção pela produção de um produto de isomaltulose, de uma isomaltulose cristalina ou de composição de isomaltulose, que contenha uma fração de pelo menos 1 até, no máximo, 20% em peso (em relação ao teor em substância seca total do produto) em isomaltulose finamente
20 pulverizada, isto é, fração fina de isomaltulose com um tamanho de grão de menos de 100 μm , especialmente, de menos de 50 μm . De preferência, a composição de isomaltulose consiste exclusivamente em isomaltulose.

Assim, a invenção consiste no fato de que, a

isomaltulose cristalina conhecida, tal como possa ser obtida, de maneira em si conhecida, por isomerização de sacarose e cristalização, em se prever uma determinada fração em isomaltulose finamente pulverizada. Sob

5 "isomaltulose cristalina", entende-se material a granel granular em forma de pó, a partir de isomaltulose. Isomaltulose cristalina tradicional apresenta cristais de isomaltulose com um tamanho de partícula de cerca de 0,2 até 0,6 mm. Sob "isomaltulose finamente pulverizada" ou

10 "fração fina de isomaltulose", entende-se isomaltulose cristalina que está presente em forma de pó ou de talco, a qual apresenta um tamanho de partícula de menos de 100 μm , especialmente, menor do que 50 μm . Isso significa especialmente que a isomaltulose finamente pulverizada

15 apresenta uma determinada distribuição de tamanhos de partícula. No caso de uma distribuição de tamanhos de partícula medida por meio de método de difração de laser (Aparelho: Malvern Mastersizer 2000®), em dispersão a seco em ar com 60 kPa de pressão de dispersão, uma isomaltulose

20 finamente pulverizada, empregada de acordo com a invenção, apresenta, de preferência, as seguintes somas de resíduos: 5% (d_{05}) = cerca de 44 μm , 50% (d_{50}) = cerca de 15 μm , 95% (d_{95}) = cerca de 1 μm (as indicações de percentagem se referem à percentagem em volume). Isso significa que

somente 5% em volume do volume de partículas total são maiores do que cerca de 44 μm . De preferência, a isomaltulose finamente pulverizada apresenta, portanto, partículas substancialmente divididas, isto é, muito mais do que 95% em volume, apresentam um tamanho de partícula abaixo de cerca de 44 μm ; a isomaltulose finamente pulverizada possui, sobretudo, um tamanho de partícula sempre menor que 100 μm , especialmente, menor que 50 μm . Tamanhos de partícula de 100 μm ou maiores, usualmente, não ocorrem nesse caso; sua fração é desprezivelmente pequena, especialmente, menor do que 1% em volume, e, de preferência, menor do que 0,5% em volume.

De maneira surpreendente, a fração fina de isomaltulose no produto, prevista de acordo com a invenção faz com que o produto de isomaltulose, isto é, a isomaltulose cristalina ou a composição de isomaltulose, durante o armazenamento, não mais exiba qualquer solidificação pelo tempo desvantajosa e mantenha sua capacidade de escoamento de maneira duradoura. De maneira surpreendente, o efeito vantajoso é fortemente expresso em uma fração fina de isomaltulose de cerca de 1% em peso no produto total. No caso de uma fração fina de cerca de 5% em peso, o efeito vantajoso é máximo. No caso de uma fração fina de mais do que cerca de 20% em peso, o efeito

vantajoso passa para o segundo plano de uma maneira tal que o problema técnico que serve de base para a invenção não mais pode ser solucionado de maneira suficiente. É preferida uma fração fina de isomaltulose de 1 até 10% em peso; É especialmente preferida uma fração fina de isomaltulose de 1 até 5% em peso (em relação à substância seca total). É especialmente preferida uma fração fina de isomaltulose de 1 até 4% em peso. É especialmente preferida uma fração fina de isomaltulose de 1 até 3% em peso. É especialmente preferida uma fração fina de isomaltulose de 1 até 2% em peso. É especialmente preferida uma fração fina de isomaltulose de cerca de 1% em peso.

Em uma forma de modalidade preferida, a isomaltulose cristalina no produto de isomaltulose de acordo com a invenção, sem a fração fina de acordo com a invenção, apresenta um tamanho de cristais de cerca de 0,2 até cerca de 0,6 mm, de preferência, de cerca de 0,3 até cerca de 0,45 mm. Isso corresponde à distribuição de tamanhos de cristais de isomaltulose cristalina obtida, de maneira em si conhecida, a partir de isomerização de sacarose e cristalização.

Uma modalidade preferida da invenção é uma isomaltulose cristalina, que contenha ou, de preferência, consista em, uma fração fina de isomaltulose com um tamanho

de partícula de menos de 100 μm , especialmente, de menos de 50 μm , de 1 até 5% em peso (em relação à substância seca total) e uma fração em isomaltulose cristalina com um tamanho de cristais de cerca de 0,3 até cerca de 0,45 mm de 5 99 até 95% em peso (em relação à substância seca total).

De preferência, o produto de isomaltulose de acordo com a invenção é isomaltulose pura. Isso significa que podem ser adicionados, ao produto de isomaltulose de acordo com a invenção, para aperfeiçoamento adicional da 10 capacidade de processamento, adicionalmente outros agentes auxiliares conhecidos, tais como agentes anti-aglutinantes ou agentes auxiliares de escoamento.

Um outro objeto da invenção é, por conseguinte, também um processo para a produção de isomaltulose cristalina 15 capaz de escoar, de preferência pura, que, especialmente, não tenda à solidificação pelo tempo. O processo de acordo com a invenção é caracterizado pelo fato de que isomaltulose cristalina, obtenível, de preferência, de maneira tradicional, com um tamanho de partícula de cerca 20 de 0,2 até cerca de 0,6 mm, de preferência, de cerca de 0,3 até cerca de 0,45 mm, com uma fração de acordo com a invenção de 1 até 20% em peso, de preferência, de 1 até 10% em peso, especialmente de preferência, de 1 até 5% em peso, adicionalmente de preferência, de 1 até 4% em peso, 1 até

3% em peso, 1 até 2% em peso, 1% em peso ou (em relação à substância seca total) de isomaltulose finamente pulverizada é unida, isto é, é misturada e, assim é obtido um produto de isomaltulose cristalina resistente ao
5 armazenamento, capaz de escoamento. De preferência, mistura-se intensivamente sob agitação. A mistura ocorre durante a produção da fração de isomaltulose cristalina ou imediatamente antes do envazamento ou do armazenamento. Em uma outra modalidade preferida, os parâmetros de processo
10 são escolhidos de maneira tal ou são previstas outras medidas tais que a fração fina prevista de acordo com a invenção, no produto de isomaltulose, resulte durante a produção da fração de isomaltulose cristalina ou já permaneça no produto que resulta.

15 Em cada caso, é obtido, de preferência, um produto de isomaltulose puro, o qual consiste unicamente em isomaltulose, separado de impurezas usuais.

Um outro objeto da invenção é, de fato, também, uma mistura contendo isomaltulose capaz de escoar e estável ao
20 armazenamento, a qual apresenta a fração fina de isomaltulose de acordo com a invenção. Nesse caso, trata-se de uma combinação de isomaltulose com pelo menos um ou outro carboidrato, especialmente, frutose, glicose, sacarose, trealose, isomaltose, isomelecitose,

oligossacarídeos com um grau de polimerização de 3 ou 4, de preferência, inulina e/ou oligofrutose, ou álcool de carboidrato, especialmente, manitol, sorbitol, xilitol, isomaltol, ou misturas destes. Em uma variante preferida, a
5 mistura contém isomaltulose e frutose ou consiste das mesmas, em uma outra variante preferida, a mistura contém isomaltulose e glicose ou consiste das mesmas, em uma outra variante preferida, a mistura contém isomaltulose e sacarose ou consiste das mesmas, em uma outra variante
10 preferida, a mistura contém isomaltulose e trealose ou consiste das mesmas, em uma outra variante preferida, a mistura contém isomaltulose e isomaltose ou consiste das mesmas, em uma outra variante preferida, a mistura contém isomaltulose e isomelecitose ou consiste das mesmas, em uma
15 outra variante preferida, a mistura contém isomaltulose e oligossacarídeos com um grau de polimerização de 3 ou 4 ou mais, ou consiste dos mesmos.

Além disso, constatou-se que isomaltulose finamente pulverizada também pode ser empregada em outros materiais a
20 granel similares, especialmente cristalinos, para o aperfeiçoamento da capacidade de escoamento e para o impedimento da solidificação pelo tempo. Assim, mostra-se que a fração fina de isomaltulose de acordo com a invenção aperfeiçoa a capacidade de processamento ou a capacidade de

escoamento de produtos cristalinos, tais como sacarose, glicose, frutose, isomaltose, assim como de (alcoóis de) mono-, di-, oligo- e polissacarídeos e, eventualmente, reprime ou impede a sua tendência à solidificação pelo
5 tempo.

Um outro objeto da invenção é, portanto, também a aplicação da isomaltulose finamente pulverizada como agente auxiliar de escoamento em material a granel. Um outro objeto da invenção é a aplicação da isomaltulose finamente
10 pulverizada como agente anti-aglutinante em material a granel. De acordo com a invenção, a fração fina de isomaltulose é aplicada a fim de aperfeiçoar a capacidade de escoamento do material a granel, sobretudo para o processamento por máquinas e/ou obtê-la, especialmente
15 durante o armazenamento. De preferência, adiciona-se, ao material a granel, a isomaltulose finamente pulverizada, como agentes auxiliar de escoamento ou agente anti-aglutinante, em uma fração de 1 até 20% em peso, de preferência, de 1 até 10% em peso, especialmente de
20 preferência, de 1 até 5% em peso, adicionalmente de preferência, de 1 até 4% em peso, de 1 até 3% em peso, de 1 até 2% em peso ou de cerca de 1% em peso (em relação à substância seca total).

A invenção é melhor explicada, com base no Exemplo que

se segue, sem que se deva entendê-lo de maneira limitante.

Exemplo de Modalidade

Teste de Armazenamento de Isomaltulose

Foram examinadas cargas de isomaltulose a partir de
5 produção contínua, para a aplicação na indústria de
alimentos. Para isso, foram colhidas alíquotas como
amostras e primeiramente todas foram armazenadas durante 12
horas na estante de secagem, à 60°C e sob vácuo.
Imediatamente a seguir, foram determinados o teor em água e
10 a atividade de água (valor a_w) das amostras. Esses valores
serviram como valor de referência (amostra em branco).

Foram escolhidas as seguintes condições de
armazenamento:

Temperatura de armazenamento: 30°C

15 45% de umidade relativa ou 60% de umidade relativa

Duração do armazenamento: 3 semanas

Armazenamento sem carregamento mecânico (carregamento
unicamente pelo peso próprio da amostra);

Armazenamento sob carregamento mecânico adicional:

20 10 Kg de carga sobre um frasco circular de 10 cm de
diâmetro;

cerca de 125 MPa

a) Experimento de comparação

Os resultados do teste de armazenamento estão

representados na Tabela 1. Os resultados mostram que, depois de 3 semanas de duração de armazenamento, não se pôde detectar qualquer diferença significativa em face da amostra em branco, do ponto de vista do teor em água e da
 5 atividade de água. A isomaltulose não é higroscópica. De maneira inesperada, ocorreu, contudo, formação de grumos e endurecimentos da isomaltulose cristalina.

Tabela 1:

Condição armazenamento [umidade rel.]	de Teor água [%]	em Atividade de água [valor a_w]	Estado da amostra
Amostra branco	em 5,32	0,41	Amostra é completamente capaz de escoar; nenhum grumo
45; sem carga	5,33	0,43	já depois de poucos dias, ocorre formação de grumos
45; com carga	5,39	0,41	já depois de poucos dias, ocorre formação

			de grumos; o
			efeito é mais
			forte sob carga
			do que sem carga
60; sem carga	5,44	0,44	Formação de
			grumos
60; com carga	5,35	0,48	Forte formação de
			grumos; o efeito
			é mais forte sob
			carga do que sem
			carga

b) Isomaltulose com 5% em peso de fração fina (de acordo com a invenção)

Em uma outra batelada de teste, misturou-se a isomaltulose, retirada a partir da produção contínua, com 5 5% em peso (em relação ao teor de substância seca total) de isomaltulose finamente pulverizada com tamanhos de partícula menores do que 100 μm e intermisturou-se bem.

A isomaltulose finamente pulverizada apresentava os seguintes tamanhos de partícula:

- 10 5% em volume (d_{05}): 44 μm
 50% em volume (d_{50}): 15 μm
 95% em volume (d_{95}): 1 μm

(Método de difração de *laser*; Malvern Mastersizer 2000®; dispersão a seco em ar; 60 kPa de pressão de dispersão)

A seguir, foram colhidas alíquotas como amostras, foram determinadas amostras em branco e armazenou-se tal
 5 como previamente (ver a)) descrito durante 3 semanas. Os resultados estão representados na Tabela 2. Durante a mencionada duração de armazenamento de 3 semanas, não puderam ser constatados, no material a granel, quaisquer grumos ou endurecimentos mencionáveis. Mesmo sob carga, as
 10 amostras ainda exibiam boas propriedades de escoamento. Pequenos grumos menores, eventualmente formados, desagregaram-se sem dispêndio de força.

Tabela 2:

Condição	de Teor	em Atividade	Estado da amostra
armazenamento	água	de água	
[umidade rel.]	[%]	[valor	
		a_w]	
Amostra	em 5,25	0,27	Amostra é
branco			completamente capaz
			de escoar; nenhum
			grumo
45; sem carga	5,15	0,39	Amostra é bem capaz
			de escoar; não são

			formados quaisquer grumos
45; com carga	-	-	Amostras são bem capazes de escoar; pequeninos grumos menores presentes se degradam imediatamente
60; sem carga	5,15	0,45	Amostras são bem capazes de escoar; nenhum grumo presente
60; com carga	-	-	Amostras são bem capazes de escoar; pequeninos grumos se degradam imediatamente

c) Isomaltulose com 20% em peso de fração fina (de acordo com a invenção)

Em uma outra batelada de teste, a isomaltulose retirada a partir da produção contínua foi misturada com
5 20% em peso (em relação ao teor em substância seca total)
de isomaltulose finamente pulverizada, com tamanhos de

partícula de menos de 100 μm (ver b)) e bem intermisturada. A seguir, foram colhidas alíquotas como amostras, foram determinadas amostras em branco e armazenou-se, tal como previamente descrito, durante 3 semanas.

5 Os resultados estão representados na Tabela 3. Mesmo no caso de adição de 20% em peso de isomaltulose finamente pulverizada, podiam ser ainda constatadas boas propriedades de escoamento. Pequeninos grumos formados se degradaram sem dispêndio de força. A isomaltulose cristalina é, dessa
10 forma, bem capaz de escoar livremente. A capacidade de escoamento é, contudo, menor do que sob a adição de somente 5% em peso de isomaltulose finamente pulverizada (ver b)).

Tabela 3:

Condição	de Teor	em Atividade	Estado da amostra
armazenamento	água	de água	
[umidade rel.]	[%]	[valor	
		a_w]	
Amostra	em 5,16	0,19	Amostra é
branco			completamente capaz
			de escoar; nenhum
			grumo
45; sem carga	5,19	0,39	Amostra é bem capaz
			de escoar; não são

			formados quaisquer grumos
45; com carga	-	-	Amostras são bem capazes de escoar; pequeninos grumos menores presentes se degradam imediatamente
60; sem carga	5,16	0,46	Amostras são bem capazes de escoar; nenhum grumo presente; impressão úmida
60; com carga	-	-	Amostras são bem capazes de escoar; pequeninos grumos se degradam imediatamente;ç impressão úmida

REIVINDICAÇÕES

1. Composição de isomaltulose cristalina **caracterizada por** conter de 1 até 20% em peso (em relação à substância seca total) de fração fina de isomaltulose com um tamanho de partícula de menos de 100 µm; e uma fração cristalina não acrescentada à fração fina apresentando um tamanho de cristais de 0,2 até 0,6 mm.

2. Composição de isomaltulose cristalina, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada por** conter de 1 até 10% em peso (em relação à substância seca total) de fração fina de isomaltulose.

3. Composição de isomaltulose cristalina, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, **caracterizada por** conter de 1 até 5% em peso (em relação à substância seca total) de fração fina de isomaltulose.

4. Composição de isomaltulose cristalina, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada pela** fração cristalina não acrescentada à fração fina apresentar um tamanho de cristais de 0,3 até 0,45 mm.

5. Composição de isomaltulose, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada por** compreender:

de 1 até 5% em peso (em relação à substância seca total) de fração fina com um tamanho de partícula de menos de 100 µm e

99 até 95% (em relação à substância seca total) de fração cristalina com um tamanho de partícula de 0,3 até 0,45 mm.

6. Método para a produção de uma composição de isomaltulose cristalina capaz de escoar, como definida na reivindicação 1, **caracterizado pela** isomaltulose cristalina com um tamanho de partícula de 0,2 até 0,6 mm ser misturada com uma fração de 1 até 20% em peso (em relação à substância seca total) em isomaltulose finamente pulverizada com um tamanho de partícula de menos de 100 µm.

7. Uso de uma composição de isomaltulose finamente pulverizada com um tamanho de partícula de menos de 100 µm, como definida na reivindicação 1, **caracterizado por** ser para o aperfeiçoamento e/ou obtenção da capacidade de escoamento de isomaltulose cristalina.

8. Uso, de acordo com a reivindicação 7, **caracterizado pela** isomaltulose finamente pulverizada ser adicionada a isomaltulose cristalina, em uma quantidade de 1 até 20% em peso (em relação à substância seca total).

Resumo da Patente de Invenção para: **"ISOMALTULOSE COM CAPACIDADE DE ESCOAMENTO APERFEIÇOADA"**.

A invenção se refere a um produto de isomaltulose cristalina, como material a granel, o qual apresenta
5 propriedades de escoamento aperfeiçoadas e não tende à solidificação pelo tempo, processo para a produção deste produto, assim como a uma nova aplicação de isomaltulose.