



MINISTERIE VAN ECONOMISCHE ZAKEN

PUBLICATIENUMMER : 1010071A3
INDIENINGSNUMMER : 09600296
Internat. klassif. : A23L
Datum van verlening : 02 December 1997

De Minister van Economische Zaken,

Gelet op de wet van 28 Maart 1984 op de uitvindingsoctrooien
inzonderheid artikel 22;
Gelet op het Koninklijk Besluit van 2 December 1986, betreffende het aanvragen,
verlenen en in stand houden van uitvindingsoctrooien, inzonderheid artikel 28;
Gelet op het proces-verbaal opgesteld door de Dienst voor Industriële Eigendom op
10 April 1996 te 10u00

BESLUIT :

ARTIKEL 1.- Er wordt toegekend aan : HOLLAND SWEETENER COMPANY V.o.F.
Blekerij 52, NL-6212 XW MAASTRICHT(NEDERLAND)

vertegenwoordigd door : HOOGSTRATEN Willem, OCTROOIBUREAU DSM, Postbus 9 - 6160 MA
Geleen NEDERLAND.

een uitvindingsoctrooi voor de duur van 20 jaar, onder voorbehoud van de betaling van
de jaartaksen voor : ASPARTAAM OP DRAGER.

UITVINDER(S) : Vleugels Leopold Franciscus Wijnandus, Kap. Wijnensingel 22, NL-6191
WB BEEK (NL)

ARTIKEL 2.- Dit octrooi is toegekend zonder voorafgaand onderzoek van zijn
octrooieerbaarheid, zonder waarborg voor zijn waarde of van de juistheid van
de beschrijving der uitvinding en op eigen risico van de aanvrager(s).

Brussel 02 December 1997
BIJ SPECIALE MACHTIGING :

L. V. G. ...
ADVOCAT

ASPARTAAM OP DRAGER

5

De uitvinding betreft een werkwijze voor het op een eetbaar dragermateriaal aanbrengen van α -L-aspartyl-L-fenylalanine-methylester met een deeltjesgrootte die in hoofdzaak kleiner is dan 100 μm door het in droge vorm mengen van α -L-aspartyl-L-fenylalanine-methylester en dragermateriaal.

Een dergelijke werkwijze is bekend uit JP-B-93007983. In genoemd Japans octrooischrift is beschreven dat fijn, poederachtig, α -L-aspartyl-L-fenylalanine-methylester (welke verbinding hierna ook wel wordt aangeduid als aspartaam of als APM) homogeen kan worden aangebracht op het oppervlak van granulair sucrose (rietsuiker) door het APM en de granulaire rietsuiker te mengen. Zoals uit genoemd octrooischrift blijkt dienen het te gebruiken APM en de granulaire rietsuiker een deeltjesgrootte te hebben respectievelijk van kleiner dan 100 μm (APM) en in het gebied van 0,01 tot 3 mm (rietsuiker). De werkwijze is evenwel absoluut ongeschikt om meer dan 10 gew.% APM op de rietsuiker aan te brengen en wordt bij voorkeur aanbevolen voor het maken van produkten die slechts 0,5 tot 5 gew.% APM bevatten. Bij hogere gehalten aan APM in de verkregen samenstellingen blijft een aanzienlijk deel van het APM in vrije vorm in de samenstelling achter. Dit kan ten koste gaan van de homogeniteit en de stromingseigenschappen van de samenstelling, hetgeen tot uiting komt in een matige storthoek, en ook stuifproblemen kan veroorzaken. Daarnaast is veelal sprake van overmatige hechting van APM-deeltjes aan wanden van gebruikte apparatuur en/of verpakkingsmaterialen en kan ook agglomeratie van vrije APM-deeltjes optreden, hetgeen nadelig is voor de oplostijd van APM in de verkregen samenstelling.

α -L-Aspartyl-L-fenylalanine-methylester (aspartaam; APM) is een dipeptidezoetstof met een zoetkracht die ongeveer 200x die van suiker is. Aspartaam vindt uitgebreide toepassing als zoetstof in
5 een grote verscheidenheid aan eetbare produkten, frisdranken, snoepwaren, geneesmiddelen, alsmede in tafelzoetjes enz. Veelal wordt APM toegepast in de vorm van droge mengsels, zoals instant-poederdranken en -dessertprodukten e.d.

10 Het gebruik van APM (en/of blends daarvan met een andere zoetstof), in het bijzonder van APM in poedervorm, wordt veelal qua handling bemoeilijkt door het feit dat de betreffende produkten onvoldoende
15 stofvrij zijn (d.w.z. te veel "fines" bevatten), een matig stromingsgedrag vertonen (hetgeen mede veroorzaakt kan worden door enige electrostatische oplading van de produkten), dan wel een relatief lange oplostijd hebben, bijvoorbeeld als gevolg van de vorming van agglomeraten. Bij het gebruik van APM
20 worden zodoende vaak nadelen ondervonden wat betreft stuifgedrag, ongewenste hechting aan oppervlakken van de gebruikte apparatuur en matige oplostijd van het APM.

Teneinde die problemen in bijvoorbeeld de
25 levensmiddelenindustrie te verminderen heeft men o.a. gezocht naar methodes om APM en eetbare dragermaterialen (zoals bijvoorbeeld citroenzuur, maltodextrines enz.) tot samenstellingen om te vormen. Afgezien van de werkwijze uit de hierboven reeds
30 aangehaalde Japanse octrooipublikatie, welke methode volgens die publikatie min of meer beperkt blijkt te zijn wat betreft de bereikbare gehalten aan APM in de samenstelling (tot in de regel hoogstens 5 gew.%, doch uiterlijk tot 10 gew.%), zijn geen eenvoudige
35 werkwijzes voor het maken van dergelijke samenstellingen, of samenstellingen met hogere gehalten aan APM, beschreven of anderszins bekend waarbij geen

hulpstoffen, bijvoorbeeld bevochtigingsmiddelen, of
bewerkelijke processtappen betrokken zijn. Er zijn
bijvoorbeeld diverse publikaties bekend waarin
samenstellingen van APM en andere stoffen, ook in APM-
5 gehaltes hoger dan 10 gew.%, worden bereid. Volgens
diverse van dergelijke publikaties is het APM in het
resulterend produkt in hoofdzaak evenwel niet op het
dragermateriaal aangebracht, zodat daarbij meestal
minder dan 50 gew.% van het APM, doch vaak zelfs nog
10 minder dan 15 gew.% van het APM aan het oppervlak van
het dragermateriaal gebonden is, en/of is bij de
werkwijze toepassing van hulpstoffen of van
bewerkelijke stappen nodig. Te noemen zijn bijvoorbeeld
methodes als:

- 15 - sproeidrogen, of besproeien van het
dragermateriaal met een geconcentreerde APM-
oplossing, gevolgd door drogen (ZA-9205142);
- vriesdrogen (US-A-3922369);
- onder bevochtiging mengen, en daarna drogen (US-A-
20 5114726);
- menging in aanwezigheid van bindmiddelen en onder
bevochtiging, gevolgd door drogen (JP-A-59059173);
- zogenaamde "high shear" menging, ook wel micro-
mengen genoemd, d.w.z. mengen onder hoge energie-
25 input en verpoederende omstandigheden (JP-B-
89016142); in dit octrooischrift wordt beschreven
dat het APM desgewenst nog vóór de "high-shear"-
behandeling, door menging in bijv. een
tuimelmenger, homogeen door de andere component,
30 of een deel daarvan, wordt verdeeld (en daarbij
dus als het ware door deeltjes van het andere
materiaal wordt omgeven) teneinde agglomeratie van
APM te voorkomen; volgens deze werkwijze is
evenwel zeker geen sprake dat het APM op
35 dragermateriaal wordt afgezet, doch wordt een
fysisch poedermengsel verkregen; ondanks
tegenovergestelde beweringen in dat octrooischrift

blijven segregatie-problemen, enz. daaraan inherent;

- malen van een mengsel ter verkrijging van een gemengd produkt met homogene deeltjesgrootteverdeling (ook wel "particle size distribution" of "p.s.d." genoemd) (NL-A-7404428).

Dergelijke werkwijzen vereisen vaak speciale apparatuur of bijzondere procesregelingen en bewerkelijke stappen en/of stappen waarbij het thermisch relatief gevoelige APM extra risico's op ontleding loopt. Ook is menging onder hoge energie-input i.h.a., afgezien van optredende stof- en stuifproblemen in de verkregen eindprodukten, mede onvoordelig vanwege het daarmee gepaard gaande energieverbruik. Evenmin worden via een aantal van de bovenstaande werkwijzen voordelen bereikt wat betreft vermindering van hechting van APM aan wanden e.d.

Er is derhalve behoefte aan een eenvoudige en efficiënte werkwijze om APM en eetbare dragermaterialen door energie-arme menging om te zetten in een samenstelling waarbij het APM geheel of in voldoende mate, dan wel nagenoeg geheel, dat wil zeggen ten minste voor 50% (voldoende), doch bij voorkeur ten minste voor 85% (nagenoeg geheel), op het dragermateriaal is afgezet in hoeveelheden die duidelijk boven de 10 gew.% kunnen liggen onder verkrijging van een homogeen produkt met goede oplos- en handlingseigenschappen. Het wordt van bijzonder voordeel geacht wanneer de betreffende werkwijze ook onder zeer droge omstandigheden, bijvoorbeeld bij een relatieve luchtvochtigheid van 70% of lager, of met zeer droge, niet-hygroscopische dragermaterialen kan worden uitgevoerd.

Verrassenderwijze is nu gevonden, dat men α -L-aspartyl-L-fenylalanine-methylester met een deeltjesgrootte die in hoofdzaak kleiner is dan 100 μ m op een eetbaar dragermateriaal kan aanbrengen door α -L-

aspartyl-L-fenylalanine-methylester en dragermateriaal in droge vorm te mengen, wanneer (1) het gebruikte α -L-aspartyl-L-fenylalanine-methylester (a) bestaat uit door spontane agglomeratie ontstane deeltjes die in hoofdzak kleiner zijn dan $100 \mu\text{m}$ en/of uit individuele deeltjes die in hoofdzak kleiner zijn dan $50 \mu\text{m}$, en (b) een vrij stortgewicht heeft van 350 kg/m^3 of lager, en (c) verkregen is door achtereenvolgens kristallisatie van α -L-aspartyl-L-fenylalanine-methylester uit een waterig medium onder gedwongen convectorie, granulering en daaropvolgende mechanische verkleining van de gevormde deeltjes onder verkrijging van een fractie met de betreffende eigenschappen, en men (2) dat α -L-aspartyl-L-fenylalanine-methylester in een onderlinge gewichtsverhouding met het dragermateriaal van ten hoogste 1:1, doch niet minder dan 1:30, gedurende korte tijd onder mild mengende condities in contact brengt met deeltjes van het eetbare dragermateriaal in een deeltjesgrootte van 20 tot $2000 \mu\text{m}$.

Aldus wordt een eenvoudige methode verschaft om APM op een energie-arme wijze en zonder noodzaak tot gebruik van verdere additieven, hulpstoffen of bevochtigmiddelen af te zetten op eetbaar dragermateriaal. In vergelijking tot fysische poedermengsels met APM of samenstellingen waarin APM in onvoldoende mate op een dragermateriaal is aangebracht hebben de verkregen samenstellingen een lagere storthoek en verbeterde stromingseigenschappen; bovendien zijn ze nagenoeg stof- en stuifvrij en vertonen ze slechts zeer geringe neiging tot hechting aan wanden e.d. Ze kunnen, al naar gelang het gekozen dragermateriaal, tot maximaal 50 gew.% APM op de drager bevatten. Ook vertonen de volgens de uitvinding verkregen samenstellingen een uitstekend oplosgedrag.

Via de onderhavige werkwijze worden, in zeer korte tijd, bijvoorbeeld al in 0,5 tot 20 minuten, en

slechts ten koste van een gering energieverbruik, uitermate homogene en geschikte samenstellingen verkregen waarbij APM in hoofdzaak op het eetbare dragermateriaal is aangebracht. Het is een bijzonder
5 voordeel van de onderhavige werkwijze dat deze ook bij zeer droge omstandigheden, bijvoorbeeld ingeval van lage relatieve luchtvochtigheid (bijv. < 70% of zelfs bij 40% of lager) of bij gebruik van niet- of licht-hygroscopische dragermaterialen, tot uitstekende
10 samenstellingen leidt waarbij hoge gehalten aan APM geheel of nagenoeg geheel aan het dragermateriaal worden gebonden.

Als een verder voordeel van de werkwijze van de uitvinding is gevonden, dat de (oorspronkelijk)
15 verkregen samenstellingen met relatief hoge gehalten aan op dragermateriaal gebonden APM via een of meer verdere eenvoudige en energie-arme mengbewerking(en) met extra dragermateriaal - al dan niet in aanwezigheid van additionele kleurstoffen, smaakstoffen en/of andere
20 ingrediënten die voor specifiek gewenste eindprodukten benodigd zijn - op eenvoudige wijze verder kunnen worden omgezet tot homogene samenstellingen met lagere, of zelfs met zeer lage, bijv. 0,5 tot 5 gew.%, gehalten aan APM, waarbij het APM aan het dragermateriaal
25 gebonden is en geen negatieve effecten heeft op de eigenschappen van de samenstelling wat betreft stromings- en oplosgedrag, alsmede wat betreft stof- en stuifvrij karakter, e.d. De oorspronkelijk verkregen samenstellingen met relatief hoge gehalten aan op
30 dragermateriaal gebonden APM kunnen bij die volgbewerkingen als het ware als een soort "master batch" of "pre-mix" van APM-op-drager worden beschouwd. De onderlinge gewichtsverhouding van de in eerste instantie verkregen samenstelling tot het verdere
35 dragermateriaal bedraagt bij voorkeur 1 : 1 tot 1 : 20.

Tot slot zij nog als voordeel van de onderhavige werkwijze vermeld dat de mengbewerking

volgens de uitvinding, vanwege de daarbij gebruikte milde condities, weinig risico's biedt voor zogenaamde overmenging. Onder overmenging wordt het fenomeen verstaan dat opnieuw ontmenging van een al goed gemengde samenstelling optreedt wanneer de werkelijke mengtijd om een of andere reden langer zou zijn dan strikt nodig voor het mengen. Poedersamenstellingen die de neiging vertonen bij langere mengtijden opnieuw te ontmengen worden ook wel segregatie-poeders genoemd.

10 Wanneer geen ontmenging optreedt spreekt men ook wel van cohesieve poeders. De volgens de werkwijze van de uitvinding verkregen samenstellingen zijn dan ook te beschouwen als cohesieve poeders. Voor nadere informatie omtrent het gedrag van cohesieve en

15 segregatie-poeders zij hier ook verwezen naar N. Harnby et al., in "Mixing in the Process Industries", 2nd Ed. 1992, pagina 10-16, Butterworth & Heinemann Ltd, Oxford. Daarnaast maakt de vakman soms overigens ook nog onderscheid tussen cohesieve poeder(mengsel)s en

20 vrijstromende poeder(mengsel)s; het stroomgedrag van de via de onderhavige werkwijze verkregen samenstellingen wordt in belangrijke mate bepaald door deeltjesgrootte en karakter van het dragermateriaal en zal veelal vrijstromend zijn.

25 Het APM dat bij de werkwijze volgens de uitvinding kan worden gebruikt kan elk vast APM zijn dat bestaat uit door spontane agglomeratie ontstane deeltjes die in hoofdzaak kleiner zijn dan 100 μm en/of uit individuele deeltjes die in hoofdzaak kleiner zijn

30 dan 50 μm , voorzover het verkregen is door kristallisatie, uit een waterig medium en onder gedwongen convectorie, gevolgd door granulatie en droging, alsmede verdere bewerking ter verkrijging van een fractie APM-deeltjes met een vrij stortgewicht van

35 350 kg/m^3 of lager. Onder spontane agglomeratie wordt in deze aanvraag verstaan dat, zonder dat daartoe een specifieke processtap nodig is, kleine APM-deeltjes

zich spontaan in droge vorm samenvoegen tot
agglomeraten. Onder in hoofdzaak kleiner dan 100 μm
wordt hier verstaan dat ten minste 99 gew.% van de APM-
deeltjes (inclusief de agglomeraten) niet groter is dan
5 100 μm .

De deeltjesgrootte van het na kristallisatie,
afscheiding, droging, granulatie en verkleinen
verkregen APM dat bij de werkwijze volgens de huidige
uitvinding wordt gebruikt is zodanig dat ten minste 99
10 gew.% van de deeltjes, met inbegrip van de door
spontane agglomeratie ontstane deeltjes, < 100 μm is,
waarbij bij voorkeur ten minste 85 gew.% van de
deeltjes < 80 μm is. Bij voorkeur is 99 gew.% van de
deeltjes < 80 μm met ten minste 85 gew.% van de
15 deeltjes < 60 μm , in het bijzonder is 99 gew.% van de
deeltjes < 50 μm en met de meeste voorkeur is 99 gew.%
van de deeltjes < 25 μm . Wanneer het APM dat bij de
werkwijze volgens de uitvinding wordt gebruikt geheel
of gedeeltelijk uit APM-agglomeraten bestaat, dienen
20 die APM-agglomeraten te zijn samengesteld uit
individuele APM-deeltjes die in hoofdzaak kleiner zijn
dan 50 μm , bij voorkeur < 40 μm , en met bijzondere
voorkeur < 25 μm . Met dergelijke APM-produkten worden
bijzonder goede resultaten verkregen. De allerbeste
25 resultaten wat betreft gering stuifgedrag, oplostijd,
stromingsgedrag e.d. worden verkregen wanneer het
gebruikte APM een deeltjesgrootte heeft die in
hoofdzaak < 25 μm is.

Als dragermateriaal bij de werkwijze volgens
30 de uitvinding kan gebruik worden gemaakt van een brede
groep bekende, vaste, voedingsingrediënten die,
bijvoorbeeld als bulkstof, in combinatie met intense
zoetstoffen worden toegepast. Voorbeelden daarvan zijn
monosaccharides, zoals bijvoorbeeld glucose, ook wel
35 dextrose of druivesuiker genoemd, en fructose;
disaccharides, zoals bijvoorbeeld saccharose, dat
behalve als sucrose ook wel aangeduid wordt als riet-

of bietsuiker, lactose en maltose; oligosaccharides
zoals bijvoorbeeld stachyose of raffinose;
polysaccharides, zoals bijvoorbeeld zetmeel,
maltodextrines, cyclodextrines, fructanen, waaronder
5 bijvoorbeeld inuline (polyfructose), en polydextrose;
suikeralkoholen, zoals bijvoorbeeld sorbitol, mannitol,
maltitol, lactitol, xylitol en isomalt; alsmede overige
koolhydraten en polyolen; diverse van de genoemde
produkten zijn ook verkrijgbaar in gehydrateerde vorm,
10 bijvoorbeeld dextrosemonohydraat; ook kunnen
voedingszuren zoals melkzuur, appelzuur, citroenzuur,
of zouten van dergelijke voedingszuren, of
eiwithydrolysaten en andere droge voedingsstoffen zoals
vanille e.d. als dragermateriaal worden gebruikt.

15 Het vaste dragermateriaal dat bij de
werkwijze volgens de uitvinding gewoonlijk wordt
toegepast heeft in het algemeen een deeltjesgrootte met
een relatief nauwe spreiding, bijvoorbeeld een maximaal
verschil tussen de 10% grootste en de 10% kleinste
20 deeltjes van ca. 500 μm , binnen de totale range van 20
tot 2000 μm . Dragermateriaal waarbij ten minste 90
gew.% van het produkt valt in de range van 20 tot 500
 μm heeft daarbij de meeste voorkeur. Produkten met een
dergelijke deeltjesgrootte zijn, al naar gelang de aard
25 van het dragermateriaal, reeds als zodanig beschikbaar
in commercieel verkrijgbare produkten, of kunnen uit
commercieel verkrijgbare produkten, via voor de vakman
bekende werkwijzen eenvoudig als deeltjesgrootte-
fractie worden afgescheiden, bijvoorbeeld door zeven,
30 eventueel voorafgegaan door een maalbewerking. Het is
evenwel voor diverse dragermaterialen, bijvoorbeeld
voor citroenzuur of maltodextrines, ook mogelijk het
dragermateriaal in te zetten met een deeltjesgrootte
groter dan 500 μm , bijvoorbeeld van ca. 1200 tot ca.
35 2000 μm .

Het verdient voorkeur de deeltjesgrootte-
verdeling van het dragermateriaal smaller te kiezen dan

de genoemde range van 20 tot 2000 μm , ja zelfs smaller te kiezen dan het hierboven aangeduide gebied van 20 tot 500 μm . Bij nauwere deeltjesgrootte-grenzen, bijvoorbeeld zodanig dat ten minste 80 gew.% van het dragermateriaal valt binnen een range waarvan boven- en ondergrens niet meer dan 200 μm verschillen, wordt een nog homogener produkt verkregen wat betreft de zoetkracht van de afzonderlijke deeltjes en wat betreft het uiterlijk van de samenstelling. Tevens is er dan veelal sprake van een verbeterd stromingsgedrag.

Als dragermateriaal kan overigens ook een mengsel van verschillende dragermaterialen worden gebruikt. Het dragermateriaal kan, voordat het in de werkwijze volgens de uitvinding wordt gebruikt, reeds gemengd zijn met de totale hoeveelheid of met een gedeelte van een of meer kleur- of smaakstoffen, die in een gewenst met APM gezoet eindprodukt aanwezig dienen te zijn. Al naar gelang het gekozen dragermateriaal, bijvoorbeeld wat betreft de hygroscopiciteit daarvan, en de eventueel te gebruiken additieven zoals kleur- en smaakstoffen, kunnen bij de verwerking tot het op drager aangebracht APM kleine aanpassingen in de receptuur nodig zijn. De vakman kan zulke kleine aanpassingen eenvoudig vinden door een juiste keuze van procescondities en apparatuur. Een goede indruk van de hygroscopiciteit van gebruikte dragermaterialen kan worden verkregen conform de in Pharmeuropa, Vol. 4 (3), p. 228-230, 1992 voorgestelde classificatie- en testmethode. Volgens die classificatie worden materialen waarbij de vochtopname bij blootstelling, bij 25°C, aan lucht met 79% relatieve vochtigheid ("relative humidity"; "r.h.") meer dan 15% bedraagt bijzonder hygroscopische materialen genoemd. Dergelijke materialen kunnen weliswaar in het kader van de onderhavige uitvinding worden gebruikt als dragermateriaal, doch aangenomen wordt dat in zulke gevallen hechting aan het dragermateriaal uitsluitend

plaats vindt onder invloed van aanwezig vocht, d.w.z. in feite vergelijkbaar met uit de stand der techniek bekende werkwijzen waarbij bevochtiging wordt toegepast.

5 De materialen met een vochtopname van 2 tot 15% noemt men hygroscopisch; die met een vochtopname van minder dan 0,2% niet-hygroscopisch. Bij een vochtopname van 0,2-2% (bij 25°C, 79% r.h.) spreekt men van licht-hygroscopisch karakter. De voordelen van de
10 onderhavige uitvinding komen het best tot uiting naarmate het dragermateriaal minder hygroscopisch is en/of er bij relatief lage r.h., bijvoorbeeld lager dan 70%, wordt gewerkt. I.h.a. zijn bijzonder hygroscopische dragermaterialen overigens toch al
15 minder geschikt voor zogenaamde "droge-stof" toepassingen, zoals in instant-poederdranken enz., zodat het niet gebruiken van dergelijke materialen in de praktijk geen echte beperkingen aan de toepasbaarheid van de uitvinding oplegt. Geschikt
20 toepasbare dragermaterialen zijn in ieder geval materialen met een hygroscopiciteit zoals die van sorbitol of lager, zoals bijvoorbeeld, doch zeker niet uitputtend, xylitol, maltitol, saccharose, isomalt, en lactitol.

25 Zoals hiervoor al beschreven dient het APM, dat bij de werkwijze volgens de uitvinding kan worden gebruikt, onder meer te zijn verkregen door kristallisatie, uit een waterig medium en onder
gedwongen convectorie. Methoden voor kristallisatie van
30 APM onder gedwongen convectorie zijn als zodanig aan de vakman bekend; in het kader van de onderhavige uitvinding zijn deze methoden, voorzover uitgevoerd in een waterig medium, niet aan uitzonderingen gebonden. Het APM kan daarbij ook worden verkregen door
35 neutralisatiekristallisatie uit overeenkomstige zouten, zoals bijvoorbeeld het APM.HCl-zout. Onder waterig medium wordt in dit verband verstaan water of water dat

in beperkte mate, tot bijv. maximaal 25 gew.% van een lagere alcohol (C_1-C_3) bevat. De gedwongen convectie kan bijvoorbeeld worden bereikt door circulatie van (een deel van of van de totale) oplossing waaruit wordt

5 gekristalliseerd, of door de oplossing waaruit wordt gekristalliseerd door roeren of anderszins in beweging te houden. De kristallisatie kan bijvoorbeeld geschieden door direkte of indirecte koeling, of door het verwijderen van het waterige oplosmiddel door

10 verdamping. Het spreekt vanzelf, dat ook APM dat door kristallisatie zonder gedwongen convectie is verkregen (d.w.z. via zogenaamde statische kristallisatie is verkregen) via omkristalliseren onder gedwongen convectie kan worden omgezet tot in het kader van de

15 onderhavige werkwijze bruikbaar APM.

Het bij de kristallisatie ontstane vaste APM kan vervolgens op iedere aan de vakman bekende wijze uit het resterende waterige medium worden afgescheiden, en daarna, eveneens op bekende wijze, worden gedroogd

20 en gegranuleerd, en verkleind, bijvoorbeeld door malen. Drogingsmethoden die bijvoorbeeld geschikt kunnen worden toegepast zijn: fluid-bed droging, magnetron-droging, vacuum-droging, enz. Granulatiemethoden die geschikt kunnen worden toegepast zijn bijvoorbeeld

25 natte granulatie, compacterende granulatie enz. De volgorde van drogen en granuleren is niet van belang, mits het verkregen droge en gegranuleerde, en verkleinde, APM een vrij stortgewicht in de orde van grootte van 350 kg/m^3 of lager heeft. Ook is het

30 mogelijk droging en granulatie in één procesgang te laten verlopen, bijvoorbeeld door toepassing van een hoge-snelheid-schoependroger ("high speed paddle dryer", HSPD). Wanneer de deeltjesgrootteverdeling van het dan verkregen APM in hoofdzaak, d.w.z. voor ten

35 minste 85 gew.%, nog niet voldoet aan de betreffende grenzen, dient men alvorens de werkwijze van de uitvinding toe te passen eerst, bijvoorbeeld via

maling, een APM-fractie te verschaffen die aan de eisen van de deeltjesgrootteverdeling voldoet. Daartoe staan aan de vakman diverse methoden ter beschikking; het eenvoudigste is scheiding in een zeeffractie met de
5 gewenste bovengrens en/of malen. Het verkleinen (eventueel via een maalbewerking) kan worden uitgevoerd met behulp van bijvoorbeeld een pennenmolen of kogelmolen. Het op deze wijze verkregen droge, gegranuleerde en vervolgens verkleinde, APM heeft in de
10 regel een vrij stortgewicht in de orde van grootte van 350 kg/m³ of lager.

Het vrij stortgewicht (dat overigens ook wel wordt aangeduid als "free bulk density" of "FBD") wordt bepaald conform ASTM D1895-89 (1990).

15 Zowel het dragermateriaal als het APM dat bij de werkwijze van de uitvinding wordt gebruikt wordt toegepast in droge vorm. Onder droge vorm wordt daarbij voor APM verstaan dat er tot maximaal 4,5 gew.% vocht (via "loss-on-drying"-methode ("LOD"): 4 uur verhitten
20 op 105°C) in of op het APM aanwezig is. Wat betreft de dragermaterialen is, vanwege de grote verscheidenheid van te gebruiken dragermaterialen, een algemene regel t.a.v. het vochtgehalte moeilijk te geven. Als vuistregel kan men de door de betreffende fabrikanten
25 in de produktspecificaties opgegeven vochtgehalten als bovengrens hanteren; deze kunnen zelfs waarden tot 15 gew.% laten zien. Daarnaast kan men als vuistregel hanteren dat het gebruikte dragermateriaal geen zichtbaar aanhangend vocht vertoont en droog aanvoelt.
30 Zoals al eerder vermeld kunnen bepaalde dragermaterialen ook in gehydrateerde vorm worden toegepast. Bij wijze van voorbeeld zij hier vermeld dat stoffen als dextrosemonohydraat een vochtgehalte van ca. 9,1 gew.% hebben, en Maltrin-M500 (geregistreerd
35 handelsmerk) ca. 13 gew.% water kan bevatten en daarbij nog steeds droog aanvoelen.

De onderlinge gewichtsverhouding tussen APM

en het dragermateriaal is in de werkwijze volgens de uitvinding niet bijzonder kritisch. Wanneer de onderlinge gewichtsverhouding tussen APM en dragermateriaal relatief laag is, zullen niet alle deeltjes van het dragermateriaal volledig bezet zijn met APM, doch wel zal nagenoeg alle, d.w.z. veelal meer dan 95 gew.%, doch ten minste 85 gew.% van, het APM aan het dragermateriaal gebonden zijn. Zulks is door visuele waarneming, bijvoorbeeld onder een microscoop eenvoudig waar te nemen. Wanneer de onderlinge gewichtsverhouding tussen APM en dragermateriaal te hoog is, bijvoorbeeld > 1 , zal niet al het APM op het dragermateriaal gebonden kunnen worden. Er blijven dan ten minste meer dan 50 gew.% van de APM-deeltjes als vrij produkt over in de samenstelling, hetgeen als onvoldoende wordt beschouwd wat betreft produkteigenschappen, zoals stromingseigenschappen, (in)homogeniteit van het produkt (en daaruit voortvloeiende risico's voor segregatie) en stuifproblemen. Tevens wordt in dat geval de oplostijd van het APM nadelig beïnvloed. Een en ander betekent, dat bij de werkwijze volgens de uitvinding in het gebied van de onderlinge gewichtsverhouding tussen APM en dragermateriaal tot maximaal 1, samenstellingen van voldoende kwaliteit worden verkregen. De onderlinge gewichtsverhouding tussen APM en het dragermateriaal bedraagt bij de werkwijze volgens de uitvinding zodoende in de regel ten hoogste 1:1 en ten laagste 1:30. Naarmate de onderlinge gewichtsverhouding tussen APM en het dragermateriaal kleiner is verdient het aanbeveling de mengtijd, binnen de gebruikelijke range van mengtijden tussen 0,5 en 20 minuten, iets langer te kiezen. De onderlinge gewichtsverhouding ligt bij voorkeur in de range van 1:3 tot 1:8, omdat op die manier meestal uitstekende samenstellingen worden verkregen waarbij het APM voor ten minste 85 gew.% op het dragermateriaal is aangebracht. Zulks betekent dat

een beladingsgraad van de drager die duidelijk boven de 10% gew. ligt goed haalbaar is.

Bij de werkwijze volgens de uitvinding wordt het APM onder mild mengende condities, zonder hoge energie-input, gedurende korte tijd, bijvoorbeeld 0,5 tot 20 minuten, in contact gebracht met het dragermateriaal. Ook bij langere mengtijden treedt overigens geen ontmenging op. Het te gebruiken type menger is niet kritisch, doch bij voorkeur worden mengers zoals tuimelmengers of lint-mengers (ook wel ribbon-blenders genoemd) gebruikt. In dergelijke mengers vindt nauwelijks of geen verkleining van deeltjes onder vorming van stof plaats, en blijft het APM na het mengproces goed aan het dragermateriaal gehecht. Op laboratoriumschaal kan een dergelijk mengproces eenvoudig worden nagebootst door omroeren van het APM en het dragermateriaal met een spatel, bijvoorbeeld gedurende 5 minuten.

De voordelen van de werkwijze van de uitvinding komen in het bijzonder tot hun recht wanneer wordt gewerkt onder omstandigheden waaronder vocht nauwelijks of geen invloed kan hebben op de binding van het APM op het eetbare dragermateriaal. Dit treedt vooral op bij uitvoering van het mengproces onder condities van lage relatieve luchtvochtigheid (r.h.), bijvoorbeeld 70% of lager, of zelfs bij 40% r.h. of lager, en bij gebruikmaking van zeer droge dragermaterialen. Aangenomen wordt dat bij hogere r.h., of bij gebruik van sterk hygroscopische stoffen een belangrijk deel van de hechting van het APM aan het dragermateriaal tevens veroorzaakt wordt door de vorming van waterbruggen of iets dergelijks. Een dergelijk bindingsmechanisme is bij lage r.h. en droge produkten uitgesloten. Vooral onder die condities onderscheidt zich de werkwijze van de uitvinding van processen waarbij APM van andere specificaties wordt toegepast. Zulks is zeer verrassend.

De uitvinding zal hierna, zonder daardoor ook maar op enigerlei wijze te worden beperkt, worden toegelicht aan de hand van enkele voorbeelden en vergelijkingsexperimenten.

5 Er werd, voorzover van toepassing, gebruik gemaakt van de volgende technieken, methodes en apparatuur:

10 Inschatting van de bereikte resultaten wat betreft het op dragermateriaal aanbrengen van het APM geschiedde door morfologische analyse onder een Moritex inspectie-microscoop, bestaande uit een videomicroscoop met monitor; de microscoop is uitgerust met een trapsgewijs instelbare zoomlens met vergrotingen van resp. 35x, 50x, 75x, 100x, 125x, 150x en 210x; de
15 monsters werden bestudeerd met behulp van schuin- invallend halogeenlicht. De opnamen bij 35x, 100x en 210x geven respectievelijk een goed totaaloverzicht, een detailbeeld en een indruk van de kleinste deeltjes. Op basis van dergelijke opnamen kan goed worden
20 ingeschat of er 0-15, 15-50, 50-85 danwel > 85% van het APM op het dragermateriaal gebonden is. In de hierna opgenomen tabel 1 is dit via + en - coderingen aangegeven.

25 Bepaling van de oplostijd van APM geschiedde met behulp van een doorstroom-UV-spectrofotometer: de verandering in UV-absorptie bij 254 nm werd in de tijd gevolgd tot een stabiel niveau is bereikt wanneer 0,5 gram (APM-gehalte) van een monster werd toegevoegd aan 500 ml geroerd, stof- en deeltjesvrij gedemineraliseerd
30 water (pH = 7; temperatuur 23°C) in een 1000 ml Amerikaans model bekerglas (vortex-diepte 2,5 cm). De oplostijd wordt bepaald in minuten. In de hierna opgenomen tabel 2 is via + en - coderingen aangegeven in hoeverre oplostijden van APM in de samenstellingen
35 korter of langer zijn dan van het uitgangsprodukt.

Bepaling van de stromingseigenschappen van de verkregen samenstellingen kan geschieden door bepaling

van de storthoek (angle of repose), volgens DIN ISO 4324. Een lagere storthoek betekent doorgaans een verbetering van het stromingsgedrag, hetgeen bijvoorbeeld van belang kan zijn bij dosering van een produkt vanuit een hopper aan een of ander systeem. In dergelijke gevallen betekent een beter stromingsgedrag ook een vermindering van de kans op brugvorming.

Bij de navolgende voorbeelden en vergelijkende experimenten werden de volgende uitgangsmaterialen gebruikt:

A1. Geroerd gekristalliseerd APM; afgezien van droging tot 3 gew.% vocht; geen verdere behandelingen; deeltjesgrootte-range 10-200 μm ; vrij stortgewicht 176 kg/m^3 . Uit microscopisch onderzoek blijkt dat de deeltjes gedeeltelijk door spontane agglomeratie zijn ontstaan.

A2. Geroerd gekristalliseerd APM, gevolgd door granulatie en droging en fractionering; er werden twee produkten gemaakt, met de volgende eigenschappen (vochtgehalte, deeltjesgrootte-range, vrij stortgewicht):

A2a.: 3,0%, 200-700 μm , 525 kg/m^3

A2b.: 2,5%, 50-250 μm , 475 kg/m^3 .

Uit microscopisch onderzoek blijkt dat de deeltjes gedeeltelijk door spontane agglomeratie zijn ontstaan.

A3. Geroerd gekristalliseerd APM; gegranuleerd en gedroogd, gevolgd door verkleining via malen; er werd een zestal produkten verkregen die als volgt werden gekarakteriseerd wat betreft vochtgehalte (LOD), deeltjesgrootteverdeling (p.s.d.) en vrij stortgewicht (FBD). Uit microscopisch onderzoek blijkt dat de deeltjes gedeeltelijk door spontane agglomeratie zijn ontstaan.

	LOD	<80 μ	<50 μ	<20 μ	FBD
	(%)	(%)	(%)	(%)	kg/m^3
A3a.	3,4	96,6	95	51	223

	A3b.	2,5	91	80	43	283
	A3c.	3,0	98,8	98	55	218
	A3d.	2,7	98	95	57	259
	A3e.	2,6	100	98	58	289
5	A3f.	3,4	95	85	52	238
	A3g.	4,5	100	100	97	161
	A4. Statistisch gekristalliseerd APM; afgezien van droging geen verdere behandelingen; er werd een tweetal produkten verkregen die als volgt werden					
10	gekaracteriseerd wat betreft LOD, p.s.d. en FBD:					
		LOD	<80 μ	<50 μ	<20 μ	FBD
		(%)	(%)	(%)	(%)	kg/m ³
	A4a.	2,4	100	100	95	237
	A4b.	2,5	100	95	50	344
15	A5. Statistisch gekristalliseerd APM, gevolgd door natte granulatie en droging onder verkrijging van een produkt dat werd gekarakteriseerd wat betreft LOD, p.s.d. en FBD:					
		LOD	<250 μ	<50 μ	<20 μ	FBD
20		(%)	(%)	(%)	(%)	kg/m ³
	A5.	3,4	99	2	1	592
	A6. Statistisch gekristalliseerd APM; nat gegranuleerd en gedroogd, gevolgd door verkleining via malen; er werd een produkt verkregen dat als volgt werd					
25	gekaracteriseerd wat betreft LOD, p.s.d. en FBD:					
		LOD	<80 μ	<50 μ	<20 μ	FBD
		(%)	(%)	(%)	(%)	kg/m ³
	A6.	3,5	100	100	80	232
30	B1. Dextrose-monohydraat; vochtgehalte 9,2 gew.%, deeltjesgrootte 10-300 μ m (waarvan 32% < 100 μ m, 50% 100-200 μ m, 12% 200-250 μ m en 6% > 250 μ m).					
	B2. Citroenzuur; vochtgehalte < 0,1 gew.%, deeltjesgrootte 100-500 μ m (waarvan 0,4% < 100 μ m, 7,2% 100-200 μ m, 50,2% 200-300 μ m, 42,1% > 300 μ m en 0,3% > 500 μ m).					
35	B3. Maltodextrine; dextrose-equivalentie ("DE-waarde") 10-15; vochtgehalte 5,6 gew.%; deeltjesgrootte 10-					

300 μm (waarvan 10% < 20 μm , 16% 20-50 μm , 16% 50-80 μm , 16% 80-100 μm , 33% 100-200 μm , 5% 200- 250 μm en 4% > 250 μm).

Bij de voorbeelden (d.w.z. die proeven
5 waarbij een van de A3 produkten werd ingezet) en bij de
overige, vergelijkende, experimenten werden telkens 1
gewichtsdeel APM en de aangegeven hoeveelheid
gewichtsdelen van het dragermateriaal gemengd. Dit
geschiedde (bij kamertemperatuur en een r.h. van 40-
10 50%) door ofwel gedurende 5 minuten met een spatel om
te roeren in een polyethyleen monsterflesje, ofwel
gedurende 20 minuten te mengen in een 4-liter
laboratorium-lintmenger (Pfleiderer) bij 40 rpm, ofwel
bij atmosferische condities en heersende r.h. van 50-
15 85% gedurende 10 minuten in een tuimelmenger (50
omwentelingen per minuut) te mengen. De resulterende
samenstellingen werden vervolgens met behulp van een
Moritex-inspectiemicroscoop op morfologische aspecten
beoordeeld. Daarbij kon eenvoudig worden ingeschat of
20 en in hoeverre het APM op het dragermateriaal was
afgezet, danwel in hoeverre nog losse APM-deeltjes of
-agglomeraten aanwezig zijn. Tevens werden aan de
verkregen samenstellingen, voorzover uit de tabellen
blijkt, andere tests uitgevoerd zoals hierboven
25 beschreven.

De resultaten van de diverse experimenten en
vergelijkende experimenten zijn hierna, in tabelvorm,
samengevat wat betreft:

- 30 1. Microscopische beoordeling van de op drager
afgezette hoeveelheid APM: Tabel 1. De in deze
tabel opgenomen inschattingen zijn aangegeven met
+ of - als volgt:
- er is geen sprake van APM-afzetting op
35 dragermateriaal
 - afzetting van APM op drager is minder dan
circa 15%

- +/- afzetting van APM op drager is circa 15-50%
- + afzetting van APM op drager is circa 50-85%
- ++ afzetting van APM op drager is 85% of meer.

2. Beoordeling oplostijd van APM in de samenstelling
5 t.o.v. oplostijd van het APM-uitgangsprodukt:
Tabel 2. De aanduiding van de bevindingen,
samengevat in tabel 2, is gebaseerd op
vergelijking van de oplostijden van 0,5 gram APM
in uitgangsprodukt en in de samenstelling, en wel
10 als volgt:

- oplostijd in de samenstelling is veel langer
(2x of meer)
- oplostijd in de samenstelling is langer (1,1-
2x)
- 15 +/- oplostijd in de samenstelling is gelijk (0,9-
1,1x)
- + oplostijd in de samenstelling is korter (0,5-
0,9x)
- 20 ++ oplostijd in de samenstelling is veel korter
(0,5x of minder).

Alle in tabel 1 en 2 vermelde experimenten en
vergelijkende experimenten werden uitgevoerd bij 40-50%
r.h. De met * gemerkte proefnemingen zijn zowel via
spatelmenging als met behulp van een lintmenger
25 uitgevoerd. Er werden geen verschillen in resultaat
gevonden.

TABEL 1

	mengver- houding A:B	B1	mengver- houding A:B	B2	mengver- houding A:B	B3
5	A1	1:5	+/-	1:5	+/- ?	
	A2a	1:5	--	1:5	--	1:5 --
	A2b	1:5	--	1:5	--	1:5 --
10	A3a	1:1 1:3 1:5 1:7	+ / ++ ++ ++ ++			1:1 + 1:3 ++ 1:5 ++ 1:8 ++
15	A3b	1:5	++	1:1 1:3 1:5 1:8	+ ++ ++ ++	
20	A3c	1:5 * 1:5 * 1:5 * 1:5 * 1:5 *	++ ++ ++ ++ ++			1:5 * ++ 1:5 * ++ 1:5 * ++ 1:5 * ++ 1:5 * ++
25	A3d A3e A3f A3g					
	A4a	1:5	-			1:5 * -
	A4b			1:5	+/-	1:5 -
	A5	1:5	--			1:5 --
30	A6	1:5 *	+/-			

TABEL 2

	mengver- houding A:B	B1	mengver- houding A:B	B2	mengver- houding A:B	B3	
5	A2a	1:5	+/-	1:5	+	1:5	-
	A2b	1:5	+	1:5	+	1:5	-
10	A3a	1:5	++			1:1 1:3 1:5 1:8	+
							++
							++
15	A3b	1:5	++	1:1 1:3 1:5 1:8	+		++
							++
	A3c	1:5	++				
	A3d	1:5	++				
	A3e	1:5	++				
20	A3f	1:5	++				
	A3g	1:5	++				
	A4a	1:5	+/-				
	A4b	1:5	+/-	1:5	+/-		
	A5	1:5	-				
25	A6	1:5	[...]				

Bovendien werden enkele proeven uitgevoerd in een tuimelmenger. Daartoe werd in eerste instantie een homogeen mengsel van gelijke volumina van de produkten A3a, A3b, A3c en A3d gemaakt. Porties van dat mengsel, telkens 1,0 kg, werden vervolgens in een tuimelmenger (Indola, type KVBV415AC, 3,8 liter) bij 50 omwentelingen per minuut gedurende 10 minuten gemengd

met elk van de dragermaterialen B1, B2 en B3 (in een gewichtsverhouding APM:drager van 1:5). Er werden telkens samenstellingen verkregen met uitstekende stromingseigenschappen, die geen stof- en
5 stuifproblemen vertoonden.

Een van de verkregen samenstellingen (namelijk die met B2) werd vervolgens als pre-mix gebruikt en in dezelfde tuimelmenger gedurende 10 minuten opgemengd met een vijfvoudige hoeveelheid B1.
10 In de aldus verkregen samenstelling bleek het APM volgens morfologisch onderzoek met de Moritex-inspectiemicroscoop vrijwel volledig op het dragermateriaal gebonden te zijn, en wel evenredig verdeeld over de B2 en B1 dragerdeeltjes. De
15 uiteindelijke mengsamenstelling had uitstekende stromingseigenschappen en vertoonde geen stof- en stuifproblemen.

C O N C L U S I E S

1. Werkwijze voor het op een eetbaar dragermateriaal
aanbrengen van α -L-aspartyl-L-fenylalanine-
5 methylester met een deeltjesgrootte die in
hoofdzaak kleiner is dan $100 \mu\text{m}$ door het in droge
vorm mengen van α -L-aspartyl-L-
fenylalaninemethylester en dragermateriaal, met
het kenmerk, dat (1) het gebruikte α -L-aspartyl-L-
10 fenylalaninemethylester (a) bestaat uit door
spontane agglomeratie ontstane deeltjes die in
hoofdzaak kleiner zijn dan $100 \mu\text{m}$ en/of uit
individuele deeltjes die in hoofdzaak kleiner zijn
dan $50 \mu\text{m}$, en (b) een vrij stortgewicht heeft van
15 350 kg/m^3 of lager, en (c) verkregen is door
achtereenvolgens kristallisatie van α -L-aspartyl-
L-fenylalanine-methylester uit een waterig medium
onder gedwongen convectie, granulering en
daaropvolgende mechanische verkleining van de
20 gevormde deeltjes onder verkrijging van een
fractie met de betreffende eigenschappen, en dat
men (2) dat α -L-aspartyl-L-fenylalanine-
methylester in een onderlinge gewichtsverhouding
met het dragermateriaal van ten hoogste 1:1, doch
25 niet minder dan 1:30, gedurende korte tijd onder
mild mengende condities in contact brengt met
deeltjes van het eetbare dragermateriaal in een
deeltjesgrootte van 20 tot $2000 \mu\text{m}$.
2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk dat
30 het α -L-aspartyl-L-fenylalanine-methylester een
deeltjesgrootte heeft die in hoofdzaak kleiner is
dan $80 \mu\text{m}$.
3. Werkwijze volgens een der conclusies 1 of 2, met
het kenmerk dat het α -L-aspartyl-L-fenylalanine-
35 methylester een deeltjesgrootte heeft die in
hoofdzaak kleiner is dan $50 \mu\text{m}$.
4. Werkwijze volgens een der conclusies 1-3, met het

- kenmerk dat het α -L-aspartyl-L-fenylalanine-methylester een deeltjesgrootte heeft die in hoofdzaak kleiner is dan 25 μ m.
5. Werkwijze volgens een der conclusies 1-4, met het kenmerk dat het dragermateriaal gekozen wordt uit de groepen monosaccharides, disaccharides, oligosaccharides, polysaccharides, suikeralkoholen, koolhydraten en polyolen, voedingszuren en hun zouten, eiwithydrolysaten en andere droge voedingsstoffen, zoals vanille.
6. Werkwijze volgens conclusie 5, met het kenmerk dat het verschil tussen de 10% grootste deeltjes en de 10% kleinste deeltjes van het dragermateriaal niet meer dan 500 μ m bedraagt.
7. Werkwijze volgens een der conclusies 1-6, met het kenmerk dat ten minste 80 gew.% van het dragermateriaal valt binnen een range waarbij boven- en ondergrens van de deeltjesgrootte niet meer dan 200 μ m verschillen.
8. Werkwijze volgens een der conclusies 1-7, met het kenmerk dat α -L-aspartyl-L-fenylalanine-methylester en dragermateriaal in een onderlinge gewichtsverhouding worden gemengd in de range van 1:3 tot 1:8.
9. Werkwijze voor het op een eetbaar dragermateriaal aanbrengen van α -L-aspartyl-L-fenylalanine-methylester met een deeltjesgrootte die in hoofdzaak kleiner is dan 100 μ m door het in droge vorm mengen van α -L-aspartyl-L-fenylalanine-methylester en dragermateriaal, met het kenmerk, dat men een samenstelling verkregen volgens een der conclusies 1-8 in een volgende processtap gedurende korte tijd onder mild mengende condities in contact brengt met een verdere hoeveelheid dragermateriaal in een onderlinge gewichtsverhouding van de in eerste instantie verkregen samenstelling tot het verdere

dragermateriaal in de range van 1:1 tot 1:20.

10. Werkwijze volgens een der conclusies 1-9, met het kenmerk dat het in droge vorm mengen geschiedt bij een relatieve luchtvochtigheid van 70% of lager.
- 5 11. Werkwijze zoals in hoofdzaak beschreven in de beschrijvingsinleiding en voorbeelden.

SAMENWERKINGSVERDRAG INZAKE OCTROOIEN

Verslag betreffende het onderzoek van het internationale type
opgesteld krachtens artikel 21 § 9 van de Belgische wet op de
uitvindingsoctrooien van 28 maart 1984

IDENTIFIKATIE VAN DE NATIONALE AANVRAGE	KENMERK VAN DE AANVRAGER OF GEMACHTIGDE 8481BE
Belgische nationale aanvraag nr. 9600296	Datum van indiening 10 april 1996
	Ingeroepen voorrangdatum
Aanvrager (Naam) HOLLAND SWEETENER COMPANY V.O.F.	
Datum van het verzoek voor een onderzoek van internationaal type --	Door de Instantie voor Internationaal Onderzoek (ISA) aan het verzoek voor een onderzoek van internationaal type toegekend nr. SN 27185 BE
I. CLASSIFICATIE VAN HET ONDERWERP (bij toepassing van verschillende classificaties, alle classificatiesymbolen opgeven)	
Volgens de internationale octrooiclassificatie (CIB) of terzelfdertijd volgens de nationale classificatie en de CIB Int. Cl. ⁶ : A 23 L 1/236	
II. ONDERZOCHE GEBIEDEN VAN DE TECHNIEK	
Onderzochte minimum documentatie	
Classificatiesysteem	Classificatiesymbolen
Int. Cl. ⁶	A 23 L
Onderzochte andere documentatie dan de minimum documentatie voor zover dergelijke documenten in de onderzochte gebieden zijn opgenomen	
III. <input type="checkbox"/> MEN IS VAN OORDEEL DAT BEPAALDE CONCLUSIES NIET HET ONDERWERP KONDEN UITMAKEN VAN EEN ONDERZOEK (opmerkingen op aanvullingsblad)	
IV. <input type="checkbox"/> GEBREK AAN EENHEID VAN UITVINDING EN/OF VASTSTELLING BETREFFENDE DE OMVANG VAN HET ONDERZOEK (opmerkingen op aanvullingsblad)	

VERSLAG VAN HET NIEUWHEIDSONDERZOEK VAN
INTERNATIONAAL TYPE

Nummer van het verzoek om een nieuwheidsonderzoek

BE 9600296

A. CLASSIFICATIE VAN HET ONDERWERP
IPC 6 A23L1/236

Volgens de Internationale Classificatie van octrooien (IPC) of zowel volgens de nationale classificatie als volgens de IPC.

B. ONDERZOCHETE GEBIEDEN VAN DE TECHNIEK

Onderzochte minimum documentatie (classificatie gevolgd door classificatiesymbolen)
IPC 6 A23L

Onderzochte andere documentatie dan de minimum documentatie, voor dergelijke documenten, voor zover dergelijke documenten in de onderzochte gebieden zijn opgenomen

Tijdens het internationaal nieuwheidsonderzoek geraadpleegde elektronische gegevensbestanden (naam van de gegevensbestanden en, waar uitvoerbaar, gebruikte trefwoorden)

C. VAN BELANG GEACHTE DOCUMENTEN

Categorie *	Geciteerde documenten, eventueel met aanduiding van speciaal van belang zijnde passages	Van belang voor conclusie nr.
A	EP,A,0 701 779 (MEGGLE ET AL.) 20 Maart 1996 zie conclusies; voorbeelden ---	1-11
A	EP,A,0 320 523 (WRIGLEY) 21 Juni 1989 zie conclusies; figuur 1 ---	1-11
A	EP,A,0 197 822 (NABISCO) 15 Oktober 1986 zie conclusies ---	1-11
A	EP,A,0 109 771 (GENERAL FOODS) 30 Mei 1984 zie conclusies ---	1
A	US,A,3 922 369 (M.GLICKSMAN ET AL) 25 November 1975 in de aanvraag genoemd zie het gehele document ---	1
	-/--	

Verdere documenten worden vermeld in het vervolg van vak C.

Leden van dezelfde octrooifamilie zijn vermeld in een bijlage

* Speciale categorieën van aangehaalde documenten

- *A* document dat de algemene stand van de techniek weergeeft, maar niet beschouwd wordt als zijnde van bijzonder belang
- *E* eerder document, maar gepubliceerd op de datum van indiening of daarna
- *L* document dat het beroep op een recht van voorrang aan twijfel onderhevig maakt of dat aangehaald wordt om de publicatiedatum van een andere aanhaling vast te stellen of om een andere reden zoals aangegeven
- *O* document dat betrekking heeft op een mondelinge uiteenzetting, een gebruik, een tentoonstelling of een ander middel
- *P* document gepubliceerd voor de datum van indiening maar na de ingeroepen datum van voorrang

- *T* later document, gepubliceerd na de datum van indiening of datum van voorrang en niet in strijd met de aanvraag, maar aangehaald ter verduidelijking van het principe of de theorie die aan de uitvinding ten grondslag ligt
- *X* document van bijzonder belang; de uitvinding waarvoor uitsluitende rechten worden aangevraagd kan niet als nieuw worden beschouwd of kan niet worden beschouwd op inventiviteit te berusten
- *Y* document van bijzonder belang; de uitvinding waarvoor uitsluitende rechten worden aangevraagd kan niet worden beschouwd als inventief wanneer het document beschouwd wordt in combinatie met één of meerdere soortgelijke documenten, en deze combinatie voor een deskundige voor de hand ligt
- *&* document dat deel uitmaakt van dezelfde octrooifamilie

Datum waarop het nieuwheidsonderzoek van internationaal type werd voltooid

18 December 1996

Verzenddatum van het rapport van het nieuwheidsonderzoek van internationaal type

Naam en adres van de instantie

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

De bevoegde ambtenaar

Van Moer, A

C.(Vervolg). VAN BELANG GEACHTE DOCUMENTEN		
Categorie *	Geciteerde documenten, eventueel met aanduiding van speciaal van belang zijnde passages	Van belang voor conclusie nr.
A	US,A,5 114 726 (J.H.TSAU ET AL.) 19 Mei 1992 in de aanvraag genoemd zie het gehele document ---	1
A	FR,A,2 222 961 (GENERAL FOODS) 25 Oktober 1974 zie conclusies; voorbeeld 1 & NL,A,7 404 428 in de aanvraag genoemd ---	1
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 008, no. 156 (C-234), 19 Juli 1984 & JP,A,59 059173 (AJINOMOTO KK), 4 April 1984, in de aanvraag genoemd zie samenvatting ---	1
A	DATABASE WPI Section Ch, Week 9307 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class B05, AN 85-279124 XP002021489 & JP,B,05 007 983 (TOYO SODA MFG KK) , 29 Januari 1993 in de aanvraag genoemd zie samenvatting ---	1
A	DATABASE WPI Section Ch, Week 9320 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class B05, AN 93-168033 XP002021490 & ZA,A,9 205 142 (TONGAAT-HULETT GROUP LTD) , 27 Januari 1993 in de aanvraag genoemd zie samenvatting -----	1

VERSLAG VAN HET NIEUWHEIDSONDERZOEK VAN
INTERNATIONAAL TYPE

Informatie over leden van dezelfde octrooifamilie

Nummer van het verzoek om een nieuwheidsonderzoek

BE 9600296

In het rapport genoemd octrooigeschrift	Datum van publicatie	Overeenkomend(e) geschrift(en)	Datum van publicatie
EP-A-701779	20-03-96	GEEN	
EP-A-320523	21-06-89	AU-B- 618242 AU-A- 8260687	19-12-91 22-06-89
EP-A-197822	15-10-86	AU-B- 583901 AU-A- 5498086 CA-A- 1281589 DE-A- 3660231	11-05-89 02-10-86 19-03-91 07-07-88
EP-A-109771	30-05-84	GEEN	
US-A-3922369	25-11-75	CA-A- 1030394 CA-A- 953564 US-A- 3761288 US-A- 4007288 US-A- 4001456	02-05-78 27-08-74 25-09-73 08-02-77 04-01-77
US-A-5114726	19-05-92	GEEN	
FR-A-2222961	25-10-74	US-A- 3868472 AU-A- 6714574 CA-A- 1028196 DE-A- 2415557 GB-A- 1468222 JP-C- 1128600 JP-A- 49126856 JP-B- 57018460 NL-A- 7404428 CA-A- 1021992	25-02-75 02-10-75 21-03-78 17-10-74 23-03-77 24-12-82 04-12-74 16-04-82 04-10-74 06-12-77