

(19)대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl. <sup>6</sup> A61K 31/70	(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2005년08월18일 10-0444265 2004년08월03일
--	-------------------------------------	--

(21) 출원번호	10-1996-0009164	(65) 공개번호	10-1996-0033459
(22) 출원일자	1996년03월29일	(43) 공개일자	1996년10월22일

(30) 우선권주장	95-03732	1995년03월29일	프랑스(FR)
	08/470461	1995년06월06일	미국(US)

(73) 특허권자 로케뜨프레르  
프랑스공화국레스트렘62136

(72) 발명자 까보슈 장-자끄  
프랑스 베트훈느 62400 루드 몰랭 마스끌레 127

(74) 대리인 이원희

심사관 : 원호준

(54) 말티톨조성물및그의제조방법

요약

본 발명은 실질적으로 다공질 및 벌집 구조를 나타내고 매우 높은 정도의 말티톨 순도와 낮은 밀도를 가진 신규 결정 말티톨 조성물에 관한 것이다.

이 조성물은 현저한 기능적인 특성을 가지고 있으며, 그의 용도는 특히 정제 또는 물에서 용해될 여러가지 분말을 제조하기 위해 제안된다.

본 발명은 또한 말티톨 조성물이 제조될 수 있는 신규 방법에 관한 것이다.

대표도

도 1

명세서

도면의 간단한 설명

제 1도는 본 발명에 따른 조성물 I1의 광현미경 사진,

제 2도는 물에서 결정화되는, MALTISORB<sup>R</sup> 분말의 광현미경 사진,

제 3도는 AMALTY<sup>®</sup> MR 고체화 분말의 광현미경 사진,

제 4도는 압출 분말의 광현미경 사진,

제 5도는 조성물 I1에 대한 전자현미경 사진,

제 6도는 물에서 결정화되는 분말의 전자현미경 사진,

제 7도는 고체화 분말의 전자현미경 사진,

제 8도는 압출된 분말의 전자현미경 사진.

## 발명의 상세한 설명

### 발명의 목적

#### 발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 매우 높은 순도와 낮은 밀도를 가진 신규 결정성 말티톨 조성물에 관한 것이다. 본 발명은 또한 이 조성물을 얻는 특정 방법 및 산업상 그의 용도에 관한 것이다.

통상적으로 말티톨로 지칭된, 4-O-알파-D-글루코피라노실-D-글루시톨은 말토스를 수소화합으로서 산업적으로 얻어지는 폴리올이다. 말티톨은 당(sugar)과 매우 유사한 관능적(organolectic) 특성을 가지고 있으면서 수크로스 보다 화학적으로 안정하고 수크로스에 비해 열량이 적다는 사실 때문에 관심을 끌고 있다. 또한, 말티톨은 카리에스원성(cariogenic)이 없다는 특징을 가지고 있으며, 어떤 것은 여러가지 산업상 응용 분야, 특히 식품 및 약제산업에 개시되고 있으며, 이미 개시된 바 있다.

매우 오랜 시간 동안, 말티톨은 단지 저농도 시럽의 형태로 이용되어 왔다. 예를들어, 이러한 폴리올은 시럽 LYCASIN<sup>®</sup> 80/55 및 MALTISORB<sup>®</sup> 75/75에 존재한 주요 화합물이며, 본 출원인에 의해 거의 20년간 시판된 바 있다. 이들 시럽에서 말티톨 함량은 그들의 건조 중량의 75%를 초과하지 않는다.

그후, 말티톨은 비정질 및 불순 분말의 형태로 시판되었다. 따라서, 말티톨의 용액을 아토마이제이션(atomization)에 의해 건조시켰다. 분무 타워에서 실제 접촉도 및 이와 같이 얻어진 분말의 높은 흡습성 두 가지 모두로 인해 이러한 기술을 수행하기가 특히 어렵다는 것이 여러 문헌에서 언급되고 있다. 이들 문제점을 해결하기 위해 실제로 많은 노력이 기울여지고 있으며, 이에 관련된 특허가 이를 입증하고 있다. 인용될 수 있는 실례는 다음과 같다:

- 특허 GB 1 383 724호, JP 49-87616 및 US 4 248 895호, 이들은 아토마이징 타워에서 접착성을 감소시키기 위해, 아토마이제이션 전에 말티톨에 여러가지 물질, 이를테면 알기네이트, 셀룰로스, 변성 전분, 폴리비닐피롤리돈, 친수성 폴리머, 단백질 또는 단백질 함유 추출물을 첨가하는 것을 제안하고 있다;

- 특허 JP 50-59312호 및 JP 51-113813호, 이들은 용융 말티톨의 무수 조성물을 아토마이징 하는 방법을 기술하고 있다;

- 특허 JP 49-110620, US 3 918 986, US 3 915 736, JP 50-129769호 및 JP 48-61665호, 이들은 항-클럼핑(anti-clumping) 물질을 첨가하거나 말티톨 분말을 사카라이드, 폴리올 또는 지방 물질로서 봉입하거나, 습식 입제화에 의해 무수 말티톨 분말의 흡습성을 감소시키는 것이 목적인 방법을 제공한다.

1980년경에 와서 처음으로 말티톨 결정을 제조하는데 성공하였을 뿐이다. 이전에, 이러한 폴리올은 항상 비결정성 생성물로 생각되었다. 사람들의 마음에 오랜 동안 굳게 간직되었던, 이러한 잘못된 가정은 실제로 예를들어 만니톨, 에리트리톨 또는 이소말트와 같은 다른 폴리올의 경우에서처럼 과포화 용액으로부터 말티톨의 결정화가 자연스럽게 일어나지 않는다는 사실로부터 유래한다. 이러한 어려움은 말티톨에 독특한 특징, 이를테면, 구체적으로, 그의 점도 및 그의 용해도에 근거한 듯 하다.

현재 알려져 있는 말티톨의 유일한 결정 형태는 무수 형태이며, 이것은 HAYASHIBARA사로부터 US 특허 제4 408 041호에 기재되어 있다. 이러한 결정 형태의 특징에 대한 정보를 위해, 필요하다면 1981년에 출원된, 이 특허, 또는 Carbohydrate Research, 108(19822), 163-171에 제시된, SHOICHI OHNO et al.에 의한 논문 "X-ray crystal structure of maltitol (4-O-alpha-D- glucopyranosyl-D-glucitol)"이 참고될 수 있다. 몇 년 후에, 말티톨의 첫번째 유사-결정 분말이 시판되었다. 이들은 "고체화"(solidified) 기술이란 기술에 의해 제조되었고, 그들 중 어떤 것은 아직 제조되고 있으며, 이 기술은 당의 결정체 또는 폴리올로 구성된 시드(seed)를 첨가함으로써, 농도가 많아야 90%에 도달될 수 있는, 말티톨의 탈수 용액을 고체화하는 것으로 구성된다. 이러한 방법은 예를 들어, 문헌 JP 57-47680 및 JP 58-158145에 기재되어 있다.

상기에 인용된 US 특허 4 408 401호에서는 또한 예비-결정화 용액 또는 "마세스퀴테"(massescuites)를 아토마이징함으로써 "토탈 슈가"(total sugar)로 지칭된, 분말 결정 혼합물을 제조하는 것을 제안하였다. 이들은 소르비톨, 말토트리올 및 말토테트라이트올과 같은 다른 폴리올, 및 보다 높은 중합도를 가진 다른 폴리올의 많은 양을 함유하는 말티톨의 과포화 수용액을 매우 천천히 냉각함으로써 얻어진다.

이와 같이 매우 느린 냉각, 및 결정 말티톨 시드의 첨가는 말티톨 결정체가 용액에서 나타나고 성장되게 한다. 이 수용액의 말티톨 25-60%가 결정화될 때, 완만하게 생성된 결정체를 사라지게 하지 않도록 하기 위하여, 매우 낮은 온도에서, 즉 제시된 바와 같이, 60-100°C에서 아토마이제이션을 수행한다. 이러한 결과, 얻어진 "토탈 슈가"는 물에서 결정화에 의해 얻어진 것들과 완전히 동일한 결정체의 형태로 결정화되는 말티톨 25-60%를 함유한다. 어떤 특정 응용을 위한 이러한 결정체의 존재로부터 제기되는 단점이 아래에 제시될 것이다.

더구나, 이러한 "토탈 슈가"는 상세한 설명, 특히 실시예 4를 참고한다면, 약 40분간 추가로 건조되고, 또한 10시간 동안 에이징되는 것 모두가 필요하다고 제시되어 있기 때문에, 충분히 결정화되지 않는다. 시간 소모가 큰, 이러한 공정은 개발 과정이 되지 못하였고, 관심의 대상도 되지 못하였다는 것을 알 수 있다.

매우 높은 농도의 말티톨 결정성 분말을 개발하는 결정적인 단계는 출원인의 업적 덕택으로 연속 크로마토그래피에 의해 분별화 기술의 이용을 기초로 한 신규 제조방법을 개발함으로써 취해졌다. 특허 EP 0 185 595 및 EP 0 189 704의 주제인, 이들 방법들은 경쟁력 있는 비용에서, 이러한 폴리올이 특히 농후한 크로마토그래피 부분(fraction)에 존재하는 말티톨을 물에서 결정화함으로써 순도가 99%에 도달하는 분말을 쉽게 얻을 수 있게 한다. 이러한 특성의 결정 분말은 예를 들어 현재까지 수년 동안 MALTISORB<sup>R</sup>란 명칭하에 결정형으로 시판된 바 있다.

한편 소위 "고체화" 기술, 및 다른 한편 물에서 결정화의 기술은 요즈음 산업적으로 이용되고 있는 거의 유일한 방법이다. 이와 같이 하여 얻어진 결정도가 매우 다양한, 생성물은 특히 슈빙검 및 초콜릿에 응용되고 있다.

다른 한편, 이들 생성물이 완전하게 만족스럽지는 않지만 다른 응용 분야가 존재한다. 예를 들어, 캡슐, 용해 분말 형태의 의약, 정제 및 희석용 분말 영양 제제와 같은 건조 약제 형태로 수크로스 또는 락토스를 대체하기 위한 말티톨을 사용할 필요가 있을 때, 이것이 그 경우이다. 이것은 또한 분말화 드링크, 디저트, 케이크용 제제, 또는 아침 식사용 초콜릿-향미 또는 바닐라-향미 분말과 같은 단 식품에서 동일 형태의 대체를 수행하기를 원할 때의 경우이다.

이들 특정 응용을 위해, "고체화" 기술에 의해 얻어진, 말티톨의 유사-결정 분말, 및 물에서 말티톨의 결정화에 의해 얻어진 결정체를 함유하는 말티톨의 결정 분말 모두가 특히, 흐름이 나쁘다거나 고체화된다거나 또는 크럼핑이 일어난다거나, 단지 물에서 매우 느리게 용해되고, 압축에 약한 부형제이라던가, 또는 서로 다른 약전에 의해 부여된 동정치 및 순도 한계에 일치하지 않는다는 점 등의, 단점과 같은 한가지 또는 그 이상의 단점을 나타낸다는 것을 알 수 있다.

그럼에도 불구하고, 말티톨의 경우에, 압축을 위한 그의 적합성을 개선하기 위해 압출을 이용하는 것이 이미 제안된 바 있다. 이러한 방법은 예를 들어, 본 출원인이 소유권자인, 유럽 특허 0 220 103호에 기재되어 있다. 이 방법은 불행히도 시판중인 제품의 상기에 제시된 모든 단점을 개선하지 않는다는 사실로 인해 이상적이지 못하다.

본 기술의 상태를 개선하고자, 따라서 본 발명자들은 공지의 말티톨 분말이 나타내는 플로우(flow), 크럼핑, 용해 또는 압축에 관한 단점을 가지고 있지 않은 말티톨 조성물을 개발하려 하였다. 물론, 상기의 필요성들은 다른 폴리올에 의해 만족될 수 있다고 생각될 수 있었다. 그러나, 다른 폴리올의 어느 것도 말티톨의 특성들처럼 수크로스의 특성에 가까운 용해도, 흡습성, 미감 및 용용의 특성들을 가지고 있지 않으므로 다른 폴리올이 말티톨을 대신할 수는 없다.

본 발명자들은 심도 있는 연구를 수행하여 모든 예상과는 달리 상기한 결점을 나타내지 않는 말티톨 조성물을 제조하는데 성공하였다. 지금까지는 직접 말티톨의 결정도를 얻는 기술이 개발되지 않았음에도 불구하고 본 발명자들은 놀랍고도 예상치 못하게, 92% 이상의 말티톨 농도를 가진 시럽에서 출발하여, 특정 조건하에서 아토마이제이션과 유사한 공정에 의해 말티톨 결정 조성물을 제조할 수 있다는 것을 제시하였다. 또한, 일단 과포화 용액으로부터 이러한 폴리올을 결정화하고 이러한 원리를 기초로 한 방법의 가능성이 제시되고, 매우 효과적이라고 판단되었기 때문에, 말티톨에 관한 한, 아토마이제이션 기술은 전반적으로 중단될 것으로 보인다.

결론적으로 본 발명은 첫째로 반드시 다공질 및 벌집 구조를 갖고, 92% 보다 크거나 동일한 말티톨 농도, 및 100-700 g/l의 외관 밀도를 나타내는 결정 말티톨 조성물에 관한 것이다.

농도의 개념은 본 발명의 경우에, 결정 말티톨 조성물에 존재한 탄수화물의 전체 건조 중량에 대해 건조 중량으로 표시된 말티톨의 퍼센트에 상응하는 것으로 이해될 것이다. 이들 탄수화물은 특히, D-글루코스, 말토스, 말토티리오스 및 말토테트라오스와 같은 당, 및 이들 당을 수소화함으로서 유도된 폴리올일 수 있다. 대개, 이 농도는 고성능 액체 크로마토그래피에 의해 측정된다.

말티톨 조성물의 첫번째 필수 특징은 결정화되어서, 그 위에 습도에 관해 매우 높은 정도의 안정성을 부여한다는 사실로부터 유래한다. 결론적으로, 조성물이 고체화되거나 크립핑되는 경향이 낮다. 따라서, 조성물은 사용하기 쉬우며 이러한 위험을 피하는 엄격한 예방책을 취하는 것이 꼭 필요하지 않다.

본 발명에 따른 조성물의 결정도는 차수 열량계에 의해 측정될 수 있다. 후자는 그의 용해열에 정비례하며, 이것은 바람직하게는 130 J/g, 보다 바람직하게는 145 J/g 및 더욱 바람직하게는 155 J/g 이상이다.

놀랍고도 예상치 못한 방식으로 본 발명에 따른 조성물은 항상 말티톨 "마세"(masse) 또는 고체화 말티톨 보다 충분히 높은 결정도, 말티톨이 균등하게 농후한 압출 말티톨 보다 일반적으로 높은 결정도, 및 말티톨이 균등하게 농후한 물에서 결정화된 말티톨 보다 일반적으로 약간 낮은 결정도를 가지고 있다고 알려진 바 있다. 따라서 본 발명에 따른 조성물은 일반적으로 160-164 J/g로 구성된 용해 엔탈피를 가지고 있으며 반면에 이 용해 엔탈피는 통상적으로 분말 MALBIT<sup>RCR</sup>의 경우에서와 같이 말티톨 "마세" 또는 고체화 말티톨에 대해 80-120 J/g로 구성되고, 압출 말티톨에 대해 130-145 J/g로 구성되며 본 출원인에 의해 제조되고 시판된, 제품 결정화 MALTISORB<sup>R</sup>와 같은 물에서 결정화된 말티톨에 대해 163-167 J/g로 구성된다.

또한 본 발명에 따른 조성물은 일반적으로 148-150 °C, 바람직하게는 약 149 °C로 된 용융 온도를 나타낸다고 알려져 있다. 이 온도는 말티톨이 균등하게 농후한 물에서 결정화된 말티톨의 온도 보다 약간 낮은 경향이 있다.

제이의 필수 특징에 따라, 본 발명에 따른 결정 말티톨 조성물은 적어도 92%와 동일한 말티톨 농도를 가지고 있다. 조성물이 즉시 그리고 보다 완전하게 결정화될 수 있어서, 95% 보다 크거나 동일하고, 더욱 좋게는, 98% 보다 크거나 동일한 말티톨 농도를 나타내는 조성물이 바람직하다. 99%에 근접하거나, 그 이상인 농도를 얻는 것이 이상적이다.

또한, 본 발명에 따른 조성물은 말티톨 이외의 폴리올을 단지 낮은 함량으로 함유하는 것이 바람직하며, 이러한 폴리올에는 특히 소르비톨, 크실리톨, 만니톨, 이디톨, 아라비톨, 말토티리톨 또는 말토테트라리톨이 해당된다. 이들 폴리올의 함량은 조성물의 건조 중량에 대해 바람직하게는 5% 이하, 더욱 바람직하게는 2% 이하이다. 이와 같이 다른 폴리올이 존재하면 본 발명에 따른 조성물의 결정도를 상당히 손상시킨다고 관찰되었다. 그러나 조성물이 어떤 다른 물질을 함유할 때는 결정도를 손상시키지 않거나 손상시켜도 매우 조금 손상시킨다. 이것은 결정 말티톨 조성물이 문제점없이 그것이 목적하는 용도에 따라, 아주 많은 양으로 이러한 물질을 함유할 수 있음을 나타낸다.

결정 말티톨 조성물에서, 주요 문제점 없이, 포함될 수 있고 인용될 수 있는 이러한 물질의 실예에는 진한 감미제, 착색제, 향료, 향미제, 비타민, 미네랄, 의약품 또는 수의용 활성 주제, 지방산 에스테르, 유기 또는 무기산 및 그들의 염, 단백질, 아미노산 및 효소와 같은 단백질성 물질들이 있다.

세번째 필수 특징에 따라, 본 발명에 따른 결정 말티톨 조성물은 통상적으로 공지의 말티톨 분말의 밀도 보다 낮은 밀도를 나타낸다. 이 밀도는 예를 들어 상표명 "Powder Tester"하에 HOSOKAWA사에 의해 시판된 장치를 이용하고 외관 밀

도, 다시 말하자면 벌크 또는 두드리지 않은 밀도를 측정하는 추천 방법을 적용하여 측정될 수 있다. 이들 조건하에, 본 발명에 따른 조성물은 약 100-약 700 g/l, 바람직하게는 200-670 g/l, 및 보다 바람직하게는, 300-650 g/l의 외관 밀도를 나타낸다. 통상적으로, 그의 외관 밀도는 400-650 g/l이다.

본 발명에 따른 조성물의 낮은 밀도는 공지의 말티톨 분말과 명백히 구분되는 그의 특수한 구조 때문이다. 현미경 관찰에 의하면, 그의 구조가 반드시 다공질 및 벌집형이라는 것을 알 수 있다. 또한, 본 발명에 따른 조성물을 제조하게 하는 입자는 반드시 구형이며, 예리한 에지가 없으며 서로 괴상화되는 많은 결정 미세입자로 구성된다. 이 구조는 직각 입방체 또는 평행 육면체 입자로 구성되는, 물에서 결정화된 말티톨의 구조 및 압출된 말티톨의 구조와 명백히 다르며, 또는 편광에서 약간 이굴절성인 입자로 이루어진 매우 치밀한 구조를 가진 고체화 말티톨과도 매우 다르다.

따라서, 이러한 방식으로 본 발명에 따른 결정 말티톨 조성물은 물에서 결정화되거나, 압출되거나 고체화되는 말티톨 분말에서 발견된 특성들과 유사한 형태 및 모양 특성을 가진 입자를 지극히 적게 함유하고 있다.

본 발명에 따른 결정 조성물은 일반적으로 0.2 m<sup>2</sup>/g 보다 낮은 비표면을 가지고 있다.

또한, 본 발명자들은 160-250 마이크론의 입자의 수에 대한 다공성을 측정하는데 있어서, 물에서 결정화된 말티톨 분말과 반대로, 본 발명에 따른 조성물이 1-10 마이크론으로 된 크기의 개방 기공을 가진 입자로 구성되어 있다는 것을 발견하였다. 이들 기공의 부피는 일반적으로 0.01-0.03 cm<sup>3</sup>/g를 나타내며, 이 수치는 말티톨 "마세" 또는 고체화 말티톨, 또는 압출된 분말에 대한 통상의 부피 보다 낮다.

본 발명에 따른 결정 말티톨 조성물에 대해 130 °C에서 2시간 동안 오븐에서 가열함으로써 측정된, 수함량은 바람직하게는 2% 이하 더욱 바람직하게는 1% 이하이다. 일반적으로, 이 함량은 0.35% 이하라고는 말하지 않더라도, 0.5% 이하이다.

본 발명에 따른 결정 말티톨 조성물의 기능 특징에 관해, 본 발명자들은 HOSOKAWA상에 의해 시판된 장치를 이용하여 그의 유동성을 평가한 바 있다. 이 장치는 표준화 및 재현성 조건하에, 분말의 유동성을 측정하고, 유속을 계산하는데 사용될 수 있으며, 유속은 또한 Carr 인덱스로 나타낸다. 본 발명에 따른 조성물은 70-90인 우수한 유속을 가지고 있다. 이 수치는 바람직하게는 75-90 및 보다 바람직하게는 80-90이다. 이 수치는 물에서 결정화되는 결정체를 압출함으로써 얻어졌던 선행 기술의 말티톨 분말의 수치에 매우 가깝다.

또한, 본 발명에 따른 조성물의 유동성은 통상적으로 물에서 결정화함으로써 또는 "고체화" 기술에 의해 간단하게 얻어지는 말티톨 분말의 유동성 보다 상당히 크다.

본 발명에 따른 조성물의 우수한 유동성이 그의 물리-화학적 특성, 즉 특히 그것이 구성한 입자의 표면상에 실제적인 정전하의 부재, 그의 말티톨 농도, 그의 낮은 흡습성 및, 끝으로 그것이 구성한 입자의 특징적인 형태의 몇가지 조합에 의해 설명될 수 있다. 이러한 우수한 유동성은 그것이 호퍼, 리셉터클(receptacle) 또는 예를 들어 사케(sachets) 또는 캡슐과 같은 다른 용기를 채우고 비우는데 매우 용이하게 하기 때문에 유용하다.

본 발명에 따른 결정 말티톨 조성물의 제이의 필수 기능상 특성은 물에서 매우 신속하게 용해된다는 것이다. 이러한 용해 속도를 측정하기 위하여, 시험 A를 수행한다. 이 시험은 얇은 250 ml 비이커에서, 20 °C를 유지하고 200 rpm으로 교반되는 미네랄 제거 및 탈기된 물 150 그램에, 시험될 제품의 입자크기 200-315 마이크론 조각(cut) 5 그램을 도입하는 것으로 구성된다. 용해 시간은 제품을 도입한 후, 제제가 가시적으로 완전하게 투명하게 되는데 필요한 시간에 상응한다. 이들 조건하에, 본 발명에 따른 조성물은 일반적으로 30초 이하, 바람직하게는 26초 이하 및, 더욱 바람직하게는 20초 이하인 용해 속도를 나타낸다. 일반적으로, 이러한 용해 시간은 현재 시판되고 있는 말티톨 분말로서 얻어진 것들 보다 적다. 신속하게 용해되는 이러한 능력은 예를 들어 섭취 전에 용해되어야 하는 식품 또는 약제를 제조하는데 있어서, 부인할 수 없는 장점을 알 수 있다.

본 발명에 따른 결정 말티톨 조성물은 또한 다른 유용한 특징을 가지고 있다. 이러한 점들은 저작 또는 흡수를 위한 정제를 제조하기 위하여 압축하거나 다른 제품과 혼합하는데 매우 높은 정도의 적합함을 나타낸다.

본 발명에 따른 결정 말티톨 조성물은 시럽을 시럽의 순도와 적어도 동일한 순도의 결정화 말티톨의 입자의 이동 분말 베드.bed)위에서 아토마이징 함으로서 얻어질 수 있으며, 이 시럽은 이 시럽에 존재한 탄수화물의 양에 관한 면에서는 말티톨이 비교적 풍부하다. 시럽의 말티톨 농도는 말티톨의 광범위한 결정화가 충분히 짧은 시간내에 일어날 수 있다는 것을 보장하도록 92% 보다 크거나 이와 동일해야 한다는 것을 입증하였다.

일반적으로, 이러한 말티톨 시럽은 말티톨의 완전 투명 용액이거나, 바람직하지는 않지만 말티톨의 미세 결정체의 존재로 인해 약간 불투명한 용액이다.

결정 말티톨 조성물은 특히, 다음 단계로 이루어진 방법을 수행함으로써 얻어질 수 있다:

- 적어도 50%의 건조 물질 함량을 가지고 92% 보다 크거나 동일한 말티톨 농도를 나타내는 말티톨 시럽을 제조하고,
- 시럽의 농도와 적어도 동일한 농도에서 결정화 말티톨의 입자의 이동 분말 베드 위에서 이 시럽을 미세하게 아토마이징하고, 이 베드는 60-110 °C의 온도를 가지고 있으며 베드의 중량은 아토마이징화 시럽의 중량에 적어도 2배를 확실하게 나타내며,
- 결정 말티톨 조성물을 얻기 위하여 분말 베드와 시럽을 건조시키고,
- 적합하다면, 결정 말티톨 조성물이 충분한 결정도 및, 바람직하게는 130 J/g 보다 크거나 동일한 용해열을 나타낼 때까지 결정 말티톨 조성물을 성숙시키고,
- 적합하다면, 결정 말티톨 조성물을 부분적으로 재순환하여 결정화 말티톨의 새로운 분말 베드를 구성한다.

종전의 생각과는 반대로, 이 기술은 저밀도이고 물에서 신속하게 용해되는 결정 말티톨 조성물을 바로 얻을 수 있게 한다. 이들 특성은 시럽의 말티톨 농도, 아토마이제이션의 정밀도, 분말 베드를 형성하는 결정화 말티톨의 입자의 특성, 이들 입자가 이동되는 수단, 베드의 온도, 건조 온도, 및 베드 및 아토마이징화 시럽의 각 중량을 변형함으로써 조절될 수 있다.

시럽의 말티톨 농도가 95% 보다 크거나 동일하다는 것이 바람직하며, 보다 양호하게는 98% 보다 크거나 동일하며, 99%에 가깝거나 보다 큰 농도를 선택하는 것이 이상적이다.

시럽의 조절 아토마이제이션을 피하는 것이 바람직하며, 조절 아토마이제이션은 말티톨의 접착성, 열악한 결정화 및 밀도에서 너무 큰 증가를 초래하며, 어떤 것은 필요하지 않다. 또한, 결정 말티톨 조성물이 상기에 기재된 특성을 나타내도록 보장하기 위하여, 시럽으로부터 매우 미세한 방울, 또는 심지어 안개를 형성하게 할 수 있는 설비를 선택하는 것이 적합하다.

분말 베드를 구성하는 말티톨의 입자의 특성에 관해, 이들 입자가 또한 높은 말티톨 농도, 어떠한 경우에는 사용된 시럽의 농도와 적어도 동일한 농도를 나타내는 것이 바람직하다. 양호한 결과를 얻기 위하여, 또한 이 베드가 오히려 낮은 밀도로 되며, 즉 이 베드가 700 g/l 및, 더욱 좋게는, 650 g/l 이하인 것이 바람직하다. 이 베드를 위해, 본 발명에 따른 결정 말티톨 조성물의 모든 특징을 나타낸 말티톨의 입자를 선택하는 것이 이상적이다. 이것은 본 발명에 따른 조성물을 부분적으로 재순환함으로써 성취될 수 있으며, 그 후 재순환된 조성물은 결정화 말티톨의 분말 베드로서 작용한다. 이러한 패션으로 진행하는 것이 매우 유용하나, 그 후 150 마이크론 이하의 크기, 더욱 좋게는 90 마이크론 이하의 크기를 가진 입자들만을 보유하기 위하여, 본 발명에 따른 조성물을 연마하거나 체로 거르는 것이 바람직하다.

분말 베드를 구성하는 입자는 기계적으로 또는 공기를 불어 넣음으로써 이동될 수 있다. 공기의 온도를 선택함으로써, 베드의 온도를 60-110 °C의 수치로 조절하고, 공기 플로우를 조절함으로써, 말티톨 결정 조성물의 특성을 조절하는 것이 쉽기 때문에, 공기를 불어 넣는 방법이 바람직하다.

일반적으로, 이러한 베드의 온도가 65-90°C에서 유지되어야 하는 것이 바람직하며, 70-85°C에 놓인 온도를 얻는 것이 이상적이다. 또한 분말 베드의 중량이 확실하게 아토마이징된 시럽의 중량의 3배 또는 보다 좋게는, 5배이어야 하는 것이 바람직하다. 본 발명에 따른 조성물이 부분적으로 재순환되어 그것이 분말 베드로서 작용할 수 있을 때, 재순환된 조성물의 유입 속도의 많아야 25%, 또는 더욱 좋게는, 많아야 17%를 나타내도록, 시럽의 유입 속도를 조절하는 것이 충분하다.

시럽이 아토마이징되는 분말 베드의 건조는 조성물의 2%, 바람직하게는 1%, 및, 보다 바람직하게는 0.5%를 초과하지 않는 최종 수분 함량을 얻도록 수행되어야 한다.

본 발명자들은 예를 들어 NIRO-AROMIZER사로부터 M.S.D. 형의 아토마이제이션 타워를 이용하여 결정 말티톨 조성물을 연속적으로 제조할 수 있었다는 것을 제시하였으며, 이 타워는 그의 디자인 덕택으로 본 발명에 따른 방법의 모든 필수 단계를 재현하게 할 수 있다.

따라서, 이 장치는 그것이 포함하고 있는 노즐에 의해 온도가 50-100℃이고 건조 물질 함량이 55-85%인 시럽을 공기를 이용하여 이동이 시작되고 이동이 유지되는 말티톨 입자의 베드 위에 매우 미세하게 아토마이징할 수 있게 한다. 또한, 이 장치는 가열 공기에 의해 동시 건조를 허용한다. 유용하게도 160-300℃의 공기 침입 온도 및 타워를 이탈한 공기의 온도가 60-130℃ 및 더욱 좋게는 70-90℃이도록 물질의 유입 유속을 선택할 수 있다. 이 장치는 또한 적합한 경우에, 결정 말티톨 조성물을 부분적으로 재순환시키고 타워의 상단에서, 시럽을 아토마이징하기 위한 노즐 주위에서 매우 미세하게 분산되게 한다.

결론적으로, 본 발명에 따른 방법에 의해 얻어지는 결정 말티톨 조성물은 필요하다면 그의 입자 크기를 변형하도록 입자화될 수 있다. 이러한 입자화는 물에서, 증기에서, 또는 바람직하게도 말티톨을 함유하는 시럽을 이용하여 수행될 수 있다.

본 발명에 따른 결정 말티톨 조성물은 감미제, 충전제 또는 감촉제(texturing agent)로서, 부형제로서 또는 여러가지 첨가제용 지지체로서 유용하게 사용될 수 있다. 그의 특성의 이유로, 특히 식품 및 약제 스페어(sphere)에서 용해용 정제 및 산재(powder)를 제조하기 위한 것이 제안된다. 그럼에도 불구하고, 예를 들어, 추잉검, 시럽 또는 과자를 배합하기 위한 것과 같은 다른 목적을 위한 그의 용도를 막는 것은 아무것도 없다.

본 발명은 다음 실시예의 도움으로서 더욱 이해될 것이며, 이 실시예는 본 발명을 한정하는 것이 아니고, 본 발명에 따른 결정 말티톨 조성물의 일 유형 및 유용한 특성의 단순한 일례를 나타낸다.

실시예 1: 본 발명에 따른 결정 말티톨 조성물의 제조, 및 선행 기술의 제품과 비교.

건조 물질 함량이 75%인 말티톨 용액을 말티톨 농도가 99.8%인 말티톨 결정체를 용해시켜 제조한다. 이 용액은 80℃로 된 다음 이 온도에서 유지된다.

NIRO ATOMIZER사제 M.S.D. 형 타워를 이용하여 이 용액을 아토마이징한다. 이를 수행하기 위하여, 물에서 결정화된 미세 입자 크기의 말티톨 분말 약 100 kg을 처음에 타워로 도입한다. 본 출원인에 의해 시판되고 있는, 결정 MALTISORB<sup>R</sup> P 90 분말을 이 목적을 위해 사용한다. 이 분말은 결정화된 말티톨의 분말 베드로서 작용한다. 40-90℃에서 공기로서 유동화하고 90 마이크론 이하의 크기를 가진 결정화된 말티톨의 입자를 생성하는 분쇄기를 통과시킨 후 타워의 상단에서 재순환시킴으로서 이동이 시작된다.

그후 시럽을 결정화 말티톨의 이동 입자의 분말 베드 위에 아토마이징된 시럽의 양이 분말 말티톨의 재순환 양의 225% 이상을 나타내지 않도록 타워로 유입하는 물질의 유속을 조절함으로써 미세하게 아토마이징한다. 상부 타워 입구에서 건조 공기의 온도가 165-225℃이 되도록 선택한다. 타워 이탈 공기의 온도는 70-90℃이다.

이들 조건하에, 타워를 7시간 조작한 후, 타워를 이탈한 말티톨 조성물이 MALTISORB<sup>R</sup> P 90 분말에서 발견된 것들과 유사한 형태 및 모양 특성을 가진 입자가 실제로 없다는 것이 관찰된다. 따라서, 조성물은 실제로 다공질 및 벌집형이며 실제로 구형이고, 예리한 에지가 없으며, 서로 괴상화되는 막대한 수의 결정 미세 입자로 구성되는 입자로 구성된다. 본 발명에 따른 이 조성물은 I1으로 지칭된다. 그의 주요 특징이 다음 표에 제공된다.

보다 낮은 농도의 말티톨을 함유한 말티톨의 용액의 아토마이제이션은 또한 상기한 바와 같이 수행된다. 이 용액은 말티톨 95.8% 및 다른 폴리올 2.9%를 함유한다. 타워를 7 시간 조작한 후, 타워에서 나오는 물질이 결정화가 잘 되어 있으며 본 발명에 따른 결정 말티톨 조성물의 모든 특징을 나타내고 있다는 것이 관찰된다. 이 생성물은 I2로 지칭된다. 이 조성물 I2는 그의 비교적 낮은 말티톨 농도에도 불구하고, US 특허 4,408,041호에서 추천된 바와 같이, 1-20 시간 동안 공기를 불어 넣어줌으로서 보충적인 건조 및 에이징(ageing)을 수행하지 않고도, 비교적 짧은 시간내에 그리고 완전히 결정화되었다.

본 발명에 따른 조성물 I1 및 I2를 선행 기술의 다른 말티톨 분말, 즉 다음의 분말과 비교한다:

- 물에서 결정화에 의해 얻어진 말티톨 결정체를 함유한 결정 분말(MALTISORB<sup>R</sup> P 200);
- 소위 "고체화" 기술에 의해 얻어진 분말(TOWA CHEMICAL사제 AMALTY<sup>R</sup> MR);

- 및 특허 EP 0 220 103호에서 제공된 조건에 따라 압출되는 말티톨 분말.

0-100 마이크론의 그래놀로메트릭 커트를 이용하여 광학 현미경에서, 편광에서, 및 전자 현미경에서 여러가지 제품의 구조를 관찰한다. 조성물 I1(제 1도), 물에서 결정화되는, MALTISORB<sup>Rd</sup> 분말(제 2도), AMALTY<sup>R</sup> MR 고체화 분말(제 3도) 및 압출된 분말(제 4도)에 상응하는 광학 현미경에서 얻어진 음화의 비교는 다음 사실을 제시한다.

- AMALTY<sup>R</sup> MR 고체화 분말은 광을 편광시키지 못하며, 이로서 낮은 결정도 또는 높은 정도의 결정 장애의 증거를 제공하며,

- 본 발명에 따른 조성물 I1은 실제로 예리한 에지 없이 구형 입자로 구성되며, 이로서 물에서 결정화되고 압출되는 분말과 매우 명백하게 구분된다.

조성물 I1(제 5도), 물에서 결정화되는 분말(제 6도), 고체화 분말(제 7도) 및 압출된 분말(제 8도)에 대해, 전자 현미경에 의해 얻어진, 사진의 비교는 본 발명에 따른 결정 말티톨 조성물이 다공질 및 벌집 구조를 가지고 있으며 서로 괴상화되는 결정 미세 입자로 되어 있는 입자를 함유한다는 것을 제시한다. 본 발명의 입자의 밀도는 선행 기술의 제품의 입자의 밀도보다 상당히 낮은 듯 하다. 즉, 선행 기술의 입자는 본 발명에 따른 조성물과는 달리 매끄럽거나 까칠한 입자 표면을 가진, 치밀하고 뽀뽀한 구조를 나타낸다.

본 발명에 따른 조성물 I1 및 I2의 몇가지 기능적 특성이 다음 표에 제공된다. 선행 기술의 조성물과 반대로, 본 발명에 따른 조성물은 유용하게도 이전에 한번에 그리고 동시에 결코 발견된 바 없는 특성을 결합하고 있다. 따라서, 그들은 한번에 그리고 동시에 압축성이 있고, 쉽게 유동하며, 물에서 매우 신속하게 용해된다는 특성을 가지고 있다.

또한, 그들은 매우 약한 흡습성이 있으며, 이것은 그들이 저장되고 사용될 때 부정할 수 없는 장점인 듯이 보인다.

< 표 >

	발명에 따른 조성물		선행기술의 조성물		
	I 1	I 2	물에서	고체화	압출
말티톨 농도	99.8%	95.8%	99.8%	92.0%	98.0%
수함량(오븐 가열)	0.3%	0.7%	0.2%	0.8%	0.2%
말티톨 이외의 폴리올 함량	미량	2.9%	미량	7.5%	0.5%
용해열(±2J/g)	162J/g	134J/g	163J/g	120J/g	176J/g
피크 용융 온도(±0.5℃)	149℃	46℃	149℃	144℃	149℃
구조	다공질 및 벌집 괴상 미세 결정체		다공질, 매우치밀	비교적 치밀 및 뽀뽀	비다공질 및 치밀
밀도	645g/l	639g/l	860g/l	720g/l	783g/l
Carr 플로우 인덱스	83.0	82.5	78.0	78.0	79.0
용해 속도(시험 A)	25s	-	68s	15s	34s
압축성(특허 EP 0 220 103 으로부터 시행)	135N	69N	측정불가	이 상태에서 측정불가	140N

실시예 2: 본 발명에 따른 조성물과 US 특허 4,408,401호에 따라 얻어진 선행 기술의 제품 사이의 비교.

"토탈 슈가"를 말티톨의 "마세스퀴테"의 예비 결정화 용액의 간단한 아토마이제이션에 의해 선행 기술에 따라 제조한다.

이를 위해, 말티톨 결정체 약 25-60%를 함유한, 말티톨이 98% 농후한 결정 분산액을 사용하는데 있어서, US 특허 4,408,401호에서 제공된 제안에 따른다.

이와 같이 얻어진 "토탈 슈가"의 특성을 본 발명에 따른 실시예 1의 조성물 I.1 및 I.2의 것들과 비교한다.

"토탈 슈가"가 치밀한 구조와 항상 700 g/l 이상의 외관 밀도를 나타낸다는 사실에 주목하며, 다른 특징은 또한 물에서 결정화된 제품에 매우 가깝다. 따라서, 이들 "토탈 슈가"의 물에서 용해 속도가 70 초에 가깝고 이들 제품으로서 심지어 정제화 강도를 증가시킬지라도, 유럽 특허 EP 0 220 103 호에서 개시된 시험에 따른 정제를 제조할 수 없다.

선행 기술의 "토탈 슈가"는 본 발명에 따라 조성물 I.1 및 I.2의 유용한 물리적 및 기능적 특성을 나타내지 않는다고 관찰된다.

실시예 3:

다음 배합에 따라 무가당 츄잉-검을 제조한다:

- 검 247 g
- 말티톨 분말 543 g
- LYCASIN<sup>®</sup> 말티톨 시럽 198 g
- 스피아민트 향료 12 g

말티톨 분말로서 다음이 사용된다:

- 본 발명에 따르면 실시예 1에서 개시된 조성물 I.1로부터 제조된 200-315 마이크론의 입자 크기 조각,
- 및 MALTISORB<sup>®</sup> 200 수-결정화된 말티톨 분말로부터 얻어진, 2200-315 마이크론의 입자 크기 조각.

상기에 개시된 말티톨 분말을 이용하여 정확히 동일한 조건에서 얻어진 무가당 츄잉-검의 질감을 비교한다.

맛 시험시, 사용되는 분말이 특히 조질이지만, 본 발명에 따른 조각은 츄잉-검에 수 결정화 말티톨의 조각 보다 부드럽고 덜 모래같은 질감을 부여한다.

또한 본 발명에 따른 조각을 함유한 츄잉-검 샘플의 경도는 선행 기술에 따른 조각으로서 제조된 샘플의 경도 보다 크다고 관찰된다. 이것은 INSTRON<sup>®</sup> 장치를 가진 경도 측정계에 의한 경도 측정에 의해 확인된다.

이러한 비교 결과는 츄잉-검 배합물에서 질감을 조절하고자 할 때 기꺼이 조절할 때 본 발명에 따른 조성물에 관심을 갖게 한다.

본 발명에 따른 결정 조성물은 분말 형태로 또는 시럽 형태로 그것을 사용함으로써, 츄잉-검 코팅에 불편 없이 사용될 수 있다.

## (57) 청구의 범위

### 청구항 1.

다공질 및 벌집 구조, 92% 보다 크거나 동일한 말티톨 농도 및 100-700 g/l의 외관 밀도를 나타내는 것을 특징으로 하는 결정 말티톨 조성물.

## 청구항 2.

제 1항에 있어서, 상기 말티톨 농도가 95% 보다 크거나 동일한 말티톨 농도를 나타내는 것을 특징으로 하는 조성물.

## 청구항 3.

제 1항에 있어서, 130 J/g 보다 큰 용해열을 나타내는 것을 특징으로 하는 조성물.

## 청구항 4.

제 1항 내지 제 3항 중 어느 한 항에 있어서, 건조 물질의 중량으로, 말티톨 이외의 폴리올을 5% 이하로 함유하는 것을 특징으로 하는 조성물.

## 청구항 5.

제 1항 내지 제 3항 중 어느 한 항에 있어서, 200-670 g/l의 외관 밀도를 나타내는 것을 특징으로 하는 조성물.

## 청구항 6.

제 1항 내지 제 3항 중 어느 한 항에 있어서, 70-90의 Carr 유속을 나타내는 것을 특징으로 하는 조성물.

## 청구항 7.

제 1항 내지 제 3항 중 어느 한 항에 있어서, 2% 이하의 수함량을 나타내는 것을 특징으로 하는 조성물.

## 청구항 8.

제 1항 내지 제 3항 중 어느 한 항에 있어서, 진한 감미제, 착색제, 향료, 향미제, 비타민, 미네랄, 의약품 또는 수의용 활성 주제, 지방산의 지방 에스테르, 유기 및 무기산과 그들의 염, 단백질, 아미노산 및 효소와 같은 단백질 함유 물질 중에서 선택되는 한가지 또는 그 이상의 첨가제를 함유하는 것을 특징으로 하는 조성물.

## 청구항 9.

제 1항 내지 제 3항 중 어느 한 항에 있어서,

시험 A에 의한 물에서 용해 속도가 30초 이하인 것을 특징으로 하는 조성물.

## 청구항 10.

다음 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 결정 말티톨 조성물의 제조방법:

- 건조 물질 함량이 적어도 50%이고, 92% 보다 크거나

동일한 말티톨 농도를 나타내는 말티톨 시럽을 제조하는 단계;

- 상기 시럽의 농도보다 크거나 동일한 농도에서 결정화 말티톨 입자의 이동 분말 베드 위에 상기 단계에서 제조된 시럽을 미세하게 아토마이징하는 단계(이 때 이 베드가 60-110℃의 온도를 가지며 베드의 질량이 아토마이징된 시럽의 질량의 적어도 2배를 확실하게 나타낸다);

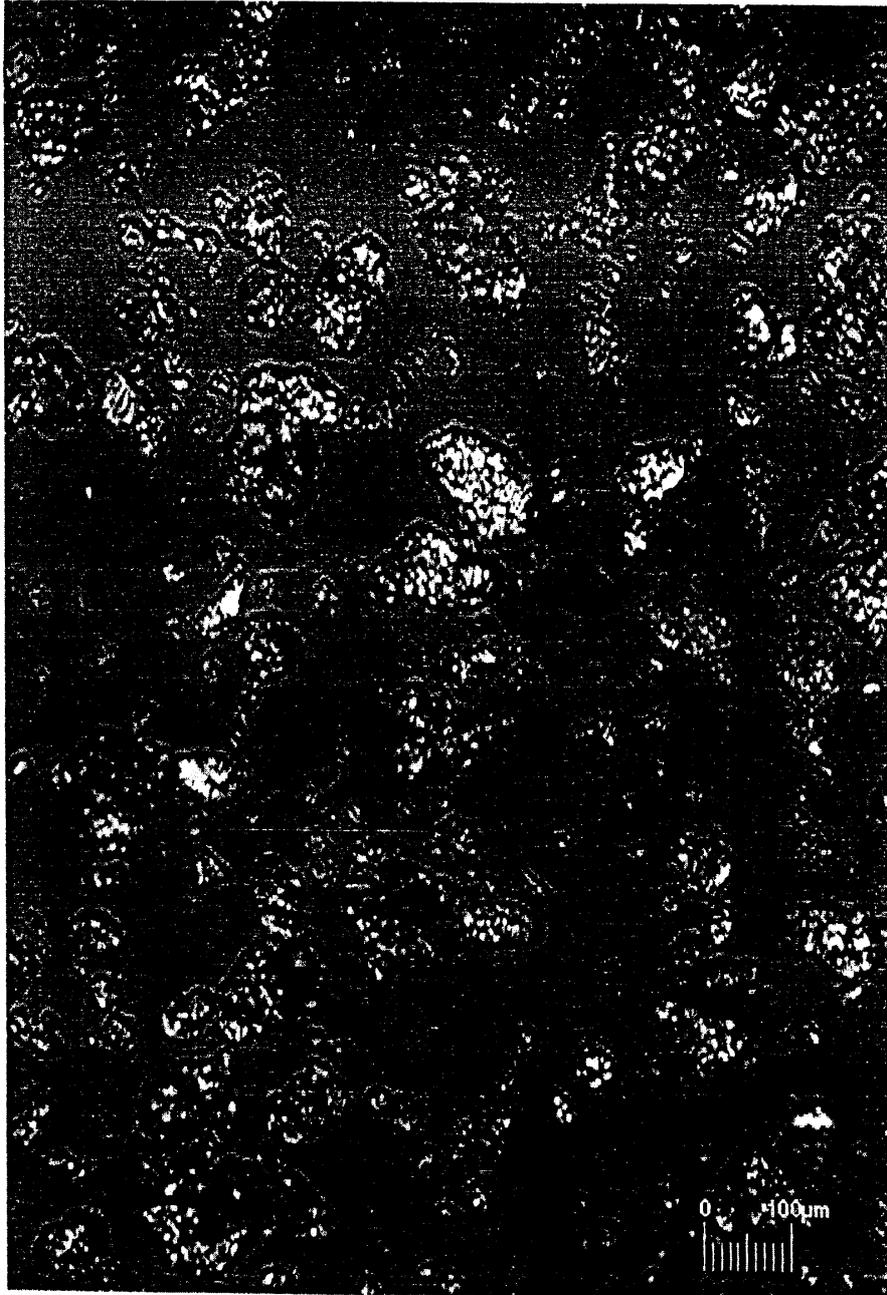
- 분말 베드 및 시럽을 건조하여 결정 말티톨 시럽 조성물을 얻는 단계;

- 상기 결정 말티톨 조성물이 130 J/g 보다 크거나 동일한 용해열을 나타낼 때까지 상기 결정 말티톨 조성물을 숙성하는 단계; 및

- 상기 결정 말티톨 조성물을 부분적으로 재순환하여 결정화 말티톨의 새로운 분말 베드를 구성하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 결정 말티톨 조성물의 제조방법.

도면

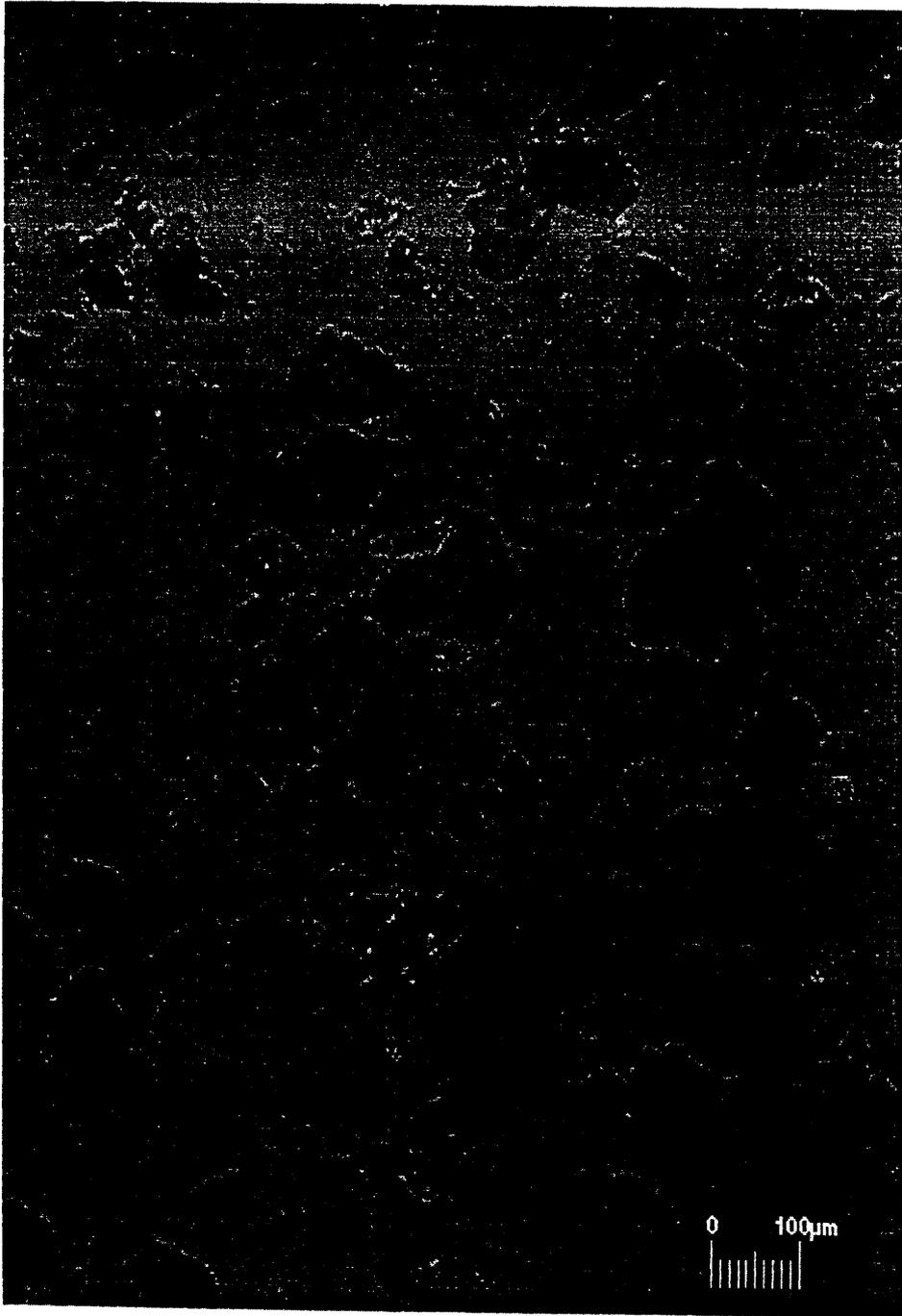
도면1



도면2



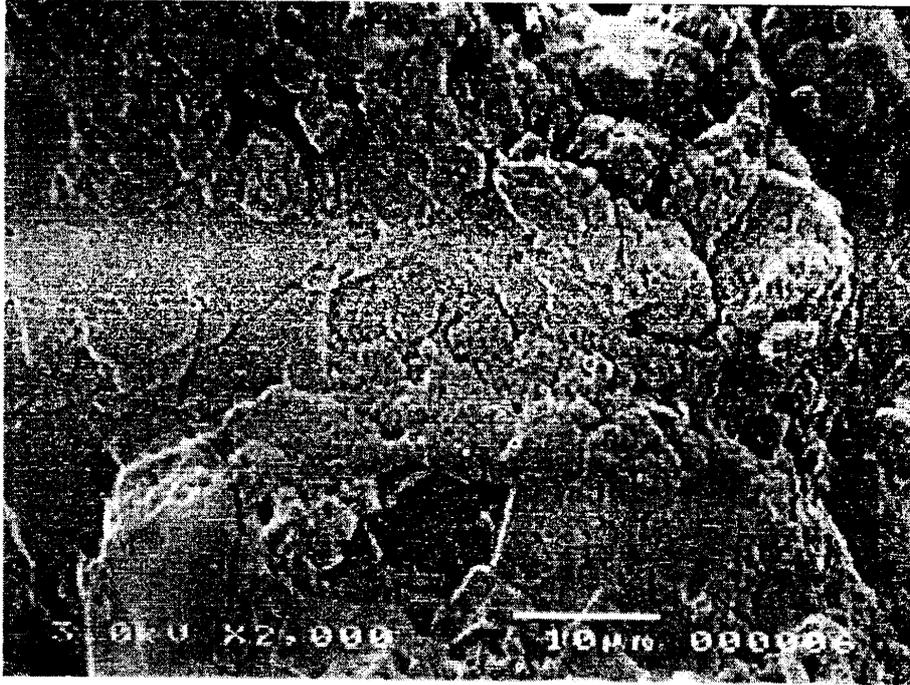
도면3



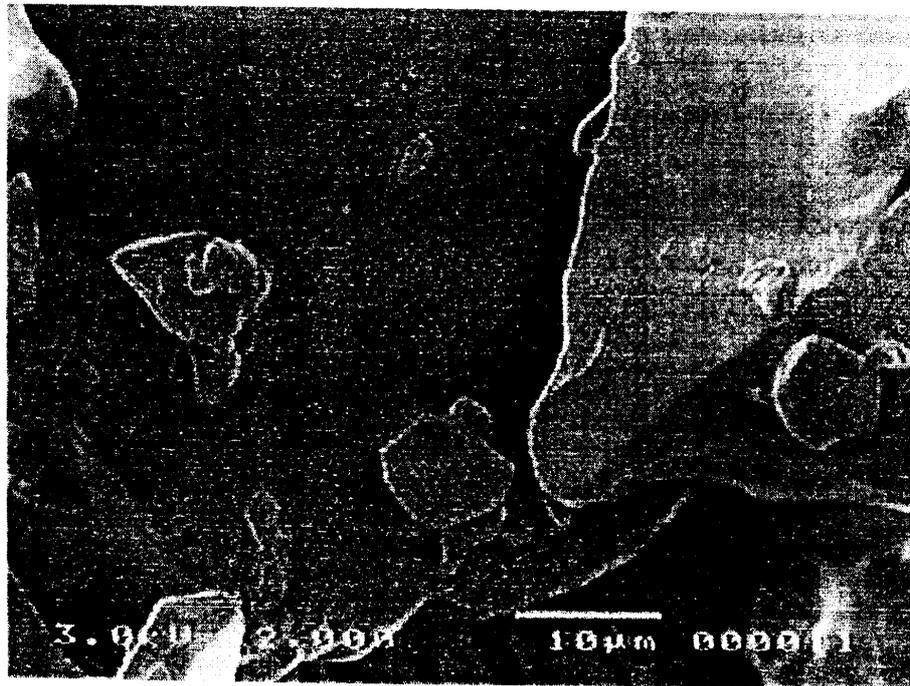
도면4



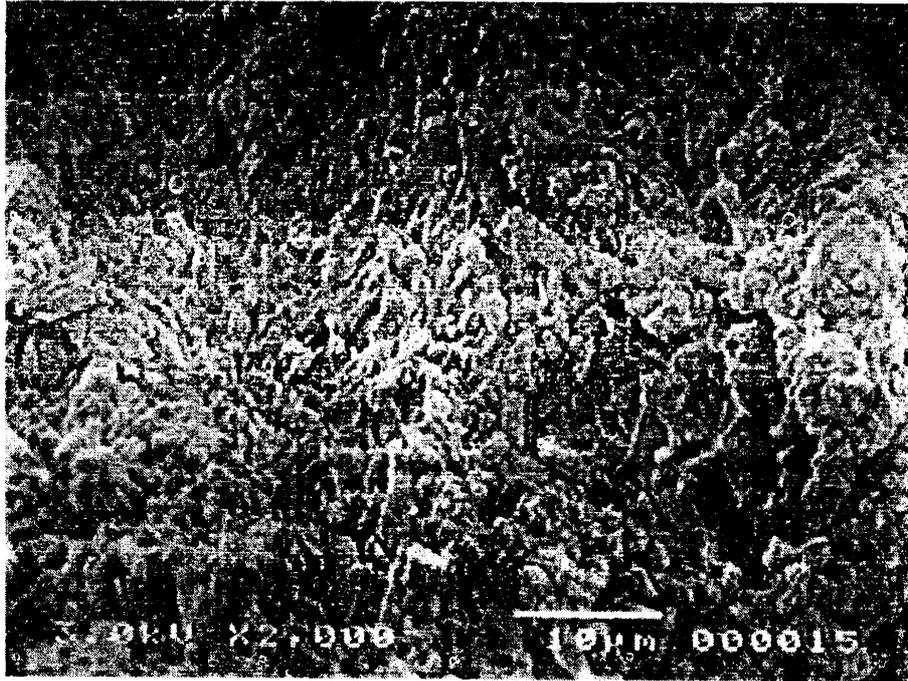
도면5



도면6



도면7



도면8

