



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 362 577**

51 Int. Cl.:
C07H 15/04 (2006.01)
A23L 1/09 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05292670 .6**
96 Fecha de presentación : **14.12.2005**
97 Número de publicación de la solicitud: **1674475**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **28.06.2006**

54 Título: **Procedimiento de fabricación de un polvo que contiene partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales.**

30 Prioridad: **21.12.2004 FR 04 13660**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
07.07.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
07.07.2011

73 Titular/es: **Roquette Frères**
62136 Lestrem, FR

72 Inventor/es: **Duflot, Pierrick y**
Zhou, Liuming

74 Agente: **Veiga Serrano, Mikel**

ES 2 362 577 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de fabricación de un polvo que contiene partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales

5 **Sector de la técnica**

La presente invención se refiere a un procedimiento de fabricación continua de un polvo que contiene partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales.

10 Se entiende por "glucopiranosil-alditales" en el sentido de la invención, compuestos elegidos del grupo constituido por 1-O- α -D-glucopiranosil-D-manitol (1,1 GPM), 6-O- α -D-glucopiranosil-D-sorbitol (1,6 GPS) y 1-O- α -D-glucopiranosil-D-sorbitol (1,1 GPS).

15 Esos glucopiranosil-alditales son el resultado de la hidrogenación de la isomaltulosa y la trehalulosa, ellas mismas producidas por la isomerización de la sacarosa mediante actividades enzimáticas aisladas de microorganismos particulares.

Estado de la técnica

20 Los más conocidos de esos microorganismos pertenecen a los géneros *Protaminobacter* (como *P. rubrum* CBS 547.77), *Erwinia* (como *E. rhapontici* NCPPB 1578), *Serratia* (como *S. marcescens* NCIB 8285 o *S. plymouthica* ATCC 15928), *Leuconostoc* (como *L. mesenteroides* NRRL B-521f o ATCC 10830a), *Pseudomonas* (como *P. mesoacidophila* MX-45), *Agrobacterium* (como *A. radiobacter* MX-232), *Klebsiella* o *Enterobacter sp.*

25 La isomaltulosa y la trehalulosa se pueden hidrogenar mezcladas o por separado (la separación de la isomaltulosa de la trehalulosa se realiza fundamentalmente gracias a técnicas de cristalización o cromatográficas).

Aunque la hidrogenación de la isomaltulosa sola debería generar en teoría una mezcla equimolar de 1,6 GPS y de 1,1 GPM, se demostró que en realidad la proporción de cada uno de los isómeros está comprendida entre 43 y 57%.
30 Esas mezclas de 1,6 GPS y de 1,1 GPM generalmente se comercializan en su forma cristalizada, con los nombres de marca ISOMALT® o PALATINIT®.

De la misma manera, la hidrogenación de la trehalulosa sola conduce a la obtención de una mezcla de 1,1 GPM y de 1,1 GPS.

35 Los glucopiranosil-alditales, solos o mezclados, incluso en proporciones relativas variables, se utilizan generalmente como edulcorantes de bajo poder calórico. El ISOMALT®, por ejemplo, se emplea en confitería, en los productos de panadería, en los postres, en las confituras, el chocolate, el chiclé y numerosos artículos dietéticos.

40 Los procedimientos clásicos de cristalización de las mezclas de los tres glucopiranosil-alditales necesitan generalmente equipos específicos que combinan la evaporación al vacío, la cristalización propiamente dicha y el secado (Carbohydrates in Industrial Synthesis, editado por M.A. CLARKE, Verlag Dr Albert Bartens KG, Berlín, 1992, página 48).

45 Sin embargo, esos procedimientos presentan como inconvenientes que es difícil tornar los equipos fáciles de usar y que es igualmente difícil trabajar de manera continua debido al prolongado tiempo necesario para la obtención de las mezclas de cristales.

50 En efecto, esos procedimientos de cristalización no permiten depurar en una sola etapa la totalidad de los glucopiranosil-alditales de la solución madre. Para optimizar el rendimiento de la cristalización, habría por tanto que proceder en dos o tres etapas de cristalización sucesivas.

Ahora bien, se sabe que el 1,1 GPS es difícilmente cristizable en sí mismo, y que también perturba la cristalización del 1,6 GPS y del 1,1 GPM. El enriquecimiento en 1,1 GPS de las aguas madres en el transcurso de las etapas de cristalización sucesivas complica asimismo el procedimiento de cristalización de esos dos isómeros y reduce su eficacia.

60 Para remediar este inconveniente, la patente EP 1.173.453 describe un procedimiento de cristalización de los glucopiranosil-alditales, que consiste en poner en contacto un líquido, que contiene uno o varios glucopiranosil-alditales disueltos, con partículas sólidas finas que contienen uno o varios de dichos glucopiranosil-alditales en suspensión en un gas.

65 Sin embargo, ese procedimiento torna obligatorias etapas complementarias de eliminación sustancial del componente solvente de la mezcla así obtenida mediante introducción de aire calefaccionado a una temperatura que puede alcanzar los 250 °C, y de tratamiento de la materia glucopiranosil-alditol que resulta de una sedimentación, de

manera de recuperar una composición de materia esencialmente sólida que comprende una multitud de cristales de dicho o dichos glucopiranosil-alditales.

5 Es necesario además proceder a un secado complementario de dicha composición de cristales de glucopiranosil-alditales, después a una trituración y a un tamizado para finalmente obtener un producto que presente partículas de glucopiranosil-alditales que contengan una multitud de microcristales aglomerados entre sí de manera aleatoria.

10 Otra solución para obtener una mezcla sólida cristalina de los glucopiranosil-alditales se describe en la patente EP 1.172.370.

15 El procedimiento descrito en esa patente, que permite obtener una mezcla cristalina sólida que comprende 20 a 70% de 1,1 GPM, 23 a 70% de 1,6 GPS y de 2 a 25% de 1,1 GPS, consiste en introducir de manera continua una mezcla hidrogenada de isomaltulosa y de trehalulosa (preparada a partir de azúcar de caña) con cebos cristalinos de glucopiranosil-alditales en una extrusora equipada con una zona de enfriamiento fina y larga.

Más precisamente, el procedimiento comprende:

- el agregado de cristales de siembra de glucopiranosil-alditales a una temperatura inferior al punto de fusión de dichos cristales de siembra de glucopiranosil-alditales en una solución acuosa de glucopiranosil-alditales con 2 a 10% en peso de humedad, y
- el enfriamiento y el amasado de dicha solución acuosa de glucopiranosil-alditales en presencia de cristales de siembra, de manera de producir un magma de glucopiranosil-alditales que es extrudido continuamente desde una boquilla.

25 Etapas posteriores de desintegración grosera, de maduración, de secado, etc. se mencionan igualmente en el marco de la producción de un producto final en polvo.

30 Sin embargo, en ese procedimiento, el enfriamiento se utiliza para llevar a cabo la cristalización aumentando el grado de sobresaturación de la solución. Por lo tanto es necesario reducir la viscosidad calentando la solución que tiene una fuerte concentración de glucopiranosil-alditales a una temperatura elevada para que los cristales de siembra se dispersen de manera homogénea en un período corto.

35 Ese procedimiento presenta el inconveniente de absorber una enorme energía puesto que necesita la formación de una "masa cocida", es decir una sustancia sobresaturada que contenga cristales de siembra y que presente una viscosidad que es disminuida por calentamiento a una temperatura elevada (hasta 140 °C) y a presión elevada.

40 Es igualmente necesario utilizar este aparato de calentamiento particular para impedir el deterioro de la capacidad de mezcla y de dispersión resultantes de un aumento de la viscosidad debido a una disminución de la temperatura y es crucial conservar una viscosidad baja para dispersar y mezclar los cristales de siembra en un plazo limitado.

Por otra parte, el procedimiento necesita asimismo controlar estrechamente la relación 1,1 GPM/1,6 GPS/1,1 GPS de los cebos, de manera que sea idéntica a la de la solución de glucopiranosil-alditales introducida en la extrusora.

45 EP 1.284.102 describe un procedimiento que permite obtener una composición sólida de una mezcla cristalina de 1,1 GPM, de 1,6 GPS y de 0,01 a 1,99% de 1,1 GPS que consiste en introducir una solución concentrada de 1,1 GPM, de 1,6 GPS y de 1,1 GPS con cebos cristalinos de glucopiranosil-alditales en una extrusora equipada con una zona de enfriamiento fina y larga, después en enfriar y amasar dicha solución acuosa de glucopiranosil-alditales en presencia de los cristales de siembra, de manera de producir un magma de glucopiranosil-alditales que sea extrudido continuamente desde una boquilla.

50 WO 00/64916 describe un procedimiento de cristalización de 1,1-GPM, 1,6-GPS y 1,1-GPS que consiste en colocar una solución de glucopiranosil-alditales en suspensión en un gas y en secar el material para obtener partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales microcristalizados.

55 De todo lo precedente resulta que los procedimientos de cristalización del estado anterior de la técnica presentan el inconveniente de ser onerosos, complejos y de consumir mucho tiempo.

Objeto de la invención

60 La invención tiene por principal objetivo proporcionar un procedimiento de fabricación de un polvo que contenga partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales que sea menos sensible a los inconvenientes mencionados precedentemente y que permita obtener eficazmente un polvo que contenga partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales que tengan las propiedades deseadas.

El procedimiento de fabricación de partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales de conformidad con la invención

no necesita una concentración muy grande de glucopiranosil-alditales y tampoco necesita un esfuerzo particular para controlar o medir con precisión la temperatura durante la etapa de granulación/cristalización.

5 Además, el procedimiento de la invención no implica la formación de una masa cocida, ni la aplicación de una fuerza de cizallamiento o de amasado, sino que se funda más bien simplemente en un revestimiento, una aglomeración y una inducción de la cristalización concurrentes para permitir que la mezcla aglomerada madure a una temperatura inferior al punto de fusión de los glucopiranosil-alditales, para formar granulados sólidos.

10 Según la presente invención, se proporciona un procedimiento de fabricación de un polvo que contiene partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales, que comprende la mezcla continua de un jarabe de glucopiranosil-alditales con un contenido de materia seca de al menos 80% en peso y un contenido de glucopiranosil-alditales de al menos 95% en peso, preferentemente de al menos 98% en peso basado en la materia seca, siendo efectuada la mezcla mediante dispersión simultánea del jarabe de glucopiranosil-alditales y de los cristales de siembra que contienen glucopiranosil-alditales en un recipiente rotatorio abierto que contiene granulados a base de glucopiranosil-alditales, por lo cual el jarabe de glucopiranosil-alditales y los cristales de siembra que contienen glucopiranosil-alditales se mezclan en la superficie de los granulados a base de glucopiranosil-alditales contenidos en el recipiente, la recuperación de los granulados a base de glucopiranosil-alditales del recipiente y la cristalización de los glucopiranosil-alditales contenidos en dichos granulados, donde los granulados a base de glucopiranosil-alditales del recipiente se mantienen en movimiento por rotación del recipiente.

20 En el momento de la realización del procedimiento de la invención, el jarabe de glucopiranosil-alditales se introduce preferentemente en el recipiente en forma subdividida por ejemplo forma de gotas o de glóbulos, de chorros o de haces de chorros.

25 Según un método preferido de realización del procedimiento mencionado antes, un jarabe de glucopiranosil-alditales, con un contenido de materia seca de al menos 80% en peso, se lleva a una temperatura de al menos 90 °C y se mezcla continuamente en un recipiente con cristales de siembra que contienen glucopiranosil-alditales, donde la relación cristales de siembra/jarabe, las dimensiones, la orientación del eje de rotación y la velocidad de rotación del recipiente se eligen de tal manera que el producto recuperado del recipiente aparece en forma de granulados de un diámetro medio de aproximadamente 100 a 50.000 µm.

30 El procedimiento de la invención se puede realizar en un aparato que comprende:

- 35 - un recipiente rotatorio abierto, con un eje de rotación que puede estar inclinado horizontalmente,
- un medio para aportar a una zona situada en el interior del recipiente, por encima de la masa que lo llena parcialmente, y de dispersar allí una parte del jarabe de glucopiranosil-alditales, preferentemente subdividido en las formas mencionadas antes y algunos cristales de siembra que contengan glucopiranosil-alditales, y
- 40 - un medio para asegurar la mezcla del jarabe de glucopiranosil-alditales y de los cristales de siembra que contienen glucopiranosil-alditales en la superficie de la masa en movimiento que llena parcialmente el recipiente.

45 Los granulados a base de glucopiranosil-alditales se recuperan preferentemente por desbordamiento a la salida del recipiente y se pueden madurar para aumentar su cristalinidad mediante la transferencia de los granulados a un cilindro rotatorio de características dimensionales tales que el tiempo de permanencia de los granulados provenientes del recipiente sea suficiente para asegurar la cristalización de los glucopiranosil-alditales.

50 Después los granulados pueden ser transferidos a un secador para disminuir la humedad residual y a continuación a un medio de trituración y tamizado.

55 En el momento de la realización del procedimiento de la invención, un jarabe de glucopiranosil-alditales, del tipo disponible en el comercio, y cuya materia seca sea de al menos 70%, y con un contenido de glucopiranosil-alditales de al menos 95% en peso, preferentemente de al menos 98% en peso basado en la materia seca, se dispersa a una temperatura de aproximadamente 80 °C en el interior de un recipiente rotatorio abierto en forma de un depósito o de un tambor abierto con un fondo esencialmente plano, cuyo eje de rotación puede estar inclinado sobre un plano horizontal en un ángulo de 25 a 45°.

60 Una boquilla de atomización neumática ha sido ventajosamente utilizada para pulverizar el jarabe acuoso sobre el lecho rotatorio de materiales de los cristales de siembra que contienen los glucopiranosil-alditales, en el granulador a escala piloto.

En cuanto a la transferencia de los cristales de siembra que contienen glucopiranosil-alditales a la mezcla mencionada antes y cuyas partículas constituyentes sirven de cristales de siembra que contienen glucopiranosil-alditales cristalizados, se prefiere un tamaño de partícula de aproximadamente 100 µm.

La relación en peso en la mezcla constituida por cristales de siembra que contienen glucopiranosil-alditales y jarabe de glucopiranosil-alditales es de aproximadamente 4/1, pero se puede reducir a 2/1, incluso a 1/1, en función de los rendimientos deseados.

La mezcla se realiza en la superficie de la masa en movimiento que llena parcialmente el recipiente. El movimiento en cuestión recuerda una masa de píldoras en el interior de una máquina de fabricación de píldoras, y se ha constatado que se forman granulados que son cada vez más gruesos, donde los granulados más grandes tienen tendencia a ir a la superficie de la masa en movimiento.

A continuación los granulados de glucopiranosil-alditales obtenidos de esa manera se maduran para aumentar su cristalinidad.

Esa etapa de maduración se puede realizar conservando los granulados en movimiento a una temperatura inferior al punto de fusión de los mismos, preferentemente a una temperatura de 50 a 90 °C, durante 20 minutos a 2 horas, en una corriente de aire.

A continuación el producto granulado se seca para obtener una humedad residual comprendida entre 2 y 10%.

Después los granulados se pueden triturar hasta el tamaño de partículas requerido y luego separar por tamizado; a continuación las partículas eliminadas por tamizado pueden ser ventajosamente recicladas hacia el recipiente mencionado antes para utilizar como cristales de siembra que contienen glucopiranosil-alditales.

El polvo resultante que contiene partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales según la invención, se caracteriza por el hecho de que presenta un valor de compresión, según la prueba A, que es superior a 220 N, preferentemente comprendido entre 250 y 400 N, y aún más preferentemente comprendido entre 280 y 350 N.

La compresibilidad de dicho polvo que contiene partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales se determina según la prueba A siguiente, descrita en la patente EP 220.103 cuyo titular es la sociedad solicitante. Esa prueba A consiste en medir la fuerza, expresada en Newton, que es representativa de la compresibilidad de un polvo que contiene partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales que presenta, después de la trituración y el tamizado, un tamaño de partículas comprendido entre 250 y 1250 μm . El aparato de medición utilizado es un durómetro ERWEKA TBH 30 GMD.

Esa fuerza traduce por lo tanto la resistencia a la rotura de un comprimido que es cilíndrico con caras convexas (radio de curvatura de 13 mm), de un diámetro de 13 mm, de un espesor de 6 mm y un peso de 0,845 g, es decir de una densidad aparente de 1,48 g/ml.

Los resultados muestran que el polvo que contiene partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales de conformidad con la invención presenta un valor de compresibilidad elevado, que al leerlo nunca ha sido descrito.

Las determinaciones de la densidad aireada, de la densidad apisonada y del ángulo de pendiente se realizan con ayuda de un aparato comercializado por la sociedad HOSOKAWA con la marca POWDER TESTER aplicando el método recomendado por el fabricante.

En esas condiciones, el polvo que contiene partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales, de tamaño de partículas comprendido entre 250 y 1250 μm , presenta una densidad aireada comprendida entre 0,700 y 0,750 g/ml, una densidad apisonada igualmente comprendida entre 0,700 y 0,750 g/ml y un ángulo de pendiente comprendido entre 42 y 45°.

Descripción detallada de la invención

El ejemplo siguiente ilustra la preparación del polvo que contiene partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales por utilización del procedimiento según la invención.

Ejemplo

Se prepara una suspensión de glucopiranosil-alditales (compuesto A) con 70% de materia seca y se la coloca en un recipiente de evaporación para obtener un jarabe de glucopiranosil-alditales con un contenido de materia seca de aproximadamente 85% (el contenido de glucopiranosil-alditales del compuesto A se presenta en la tabla 1 siguiente, expresado en peso seco sobre la totalidad de los compuestos de la mezcla).

Ese jarabe de glucopiranosil-alditales se coloca en un depósito de almacenamiento a una temperatura de aproximadamente 135 °C, a partir del cual es extraído continuamente por medio de una bomba que asegura su

dispersión en forma de glóbulos por medio de una boquilla.

Simultáneamente a la dispersión de dicho jarabe de glucopiranosil-alditales, se introduce continuamente material de los cristales de siembra complementario en el granulador a escala piloto, para obtener una relación en peso cristales de siembra/jarabe de aproximadamente 4 partes de cristales de siembra por 1 parte de jarabe de glucopiranosil-alditales.

Los cristales de siembra se obtienen por reciclado continuo de una fracción del material solidificado que se ha producido.

Se pueden utilizar partículas de un sólido de glucopiranosil-alditales cristalino cualquiera para proporcionar cristales de siembra para la granulación inicial.

No se realiza ningún esfuerzo particular para controlar la temperatura del granulador (que permanece en el orden de 90 °C).

El granulador gira a una velocidad de aproximadamente 6,5 vueltas por minuto, siendo su inclinación de 30°, lo que permite obtener granulados con un diámetro medio de aproximadamente 100 µm a 50.000 µm.

Después de esa etapa de granulación, dichos granulados son madurados por la finalización de la cristalización en un dispositivo de maduración (tambor rotatorio alargado).

Los granulados madurados obtenidos de esa manera se someten a una trituración grosera, después se secan en un lecho fluidizado utilizando aire a 60 °C durante 30 minutos.

Después de secado, aparecen en forma de un polvo que contiene aproximadamente 6% de humedad residual (valor determinado según el método de KARL FISHER).

A la salida del transportador de rodillos del lecho fluidizado, el polvo seco es conducido a una instalación clásica de trituración. Luego el polvo seco se tamiza y una parte se recicla como cristales de siembra que contienen glucopiranosil-alditales hacia el granulador

El polvo restante es el polvo que contiene partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales según la invención (compuesto B).

La tabla 1 siguiente presenta las composiciones en glucopiranosil-alditales de los compuestos A y B, así como el resultado de las medidas de los parámetros DSC (temperatura de fusión y entalpía)

Tabla 1

	Compuesto A	Compuesto B
1,1 GPS (% en peso sobre el seco)	0,3	0,3
1,1 GPM (% en peso sobre el seco)	48,3	48,1
1,6 GPS (% en peso sobre el seco)	50,7	50,2
Análisis DSC		
1er pico de la endoterma		
- Temperatura de fusión (°C)	95,39	99,25
- Entalpía (J/g)	34,28	81,26
2do pico de la endoterma		
- Temperatura de fusión (°C)	146,24	125,23
- Entalpía (J/g)	116,20	54, 10
Humedad residual	2,5	6,0

La granulación del compuesto A por el procedimiento conforme con la invención no modifica en nada la composición química en glucopiranosil-alditales.

Sin embargo, conduce a la modificación del perfil térmico de fusión del compuesto B, que se traduce por la reducción de manera significativa a la vez del punto de fusión y de la entalpía del segundo pico de la endoterma del compuesto B, y que se acompaña igualmente de una ligera disminución de la entalpía del primer pico de la

endoterma de dicho compuesto B.

La tabla 2 siguiente presenta los resultados de las medidas de compresibilidad, de densidad aireada y de densidad apisonada, del ángulo de pendiente y del flujo de los compuestos A y B.

5

Tabla 2

	Compuesto A	Compuesto B
Compresibilidad según la prueba A (Newton)	26	317
Densidad aireada (g/ml)	0,936	0,729
Densidad apisonada (g/ml)	0,936	0,729
Ángulo de pendiente (°)	41	44

El procedimiento según la invención confiere al polvo que contiene partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales obtenido de esa manera una densidad menor que la del producto de partida, y sobre todo propiedades destacables de compresión.

10

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un procedimiento de fabricación de un polvo que contiene partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales, caracterizado porque comprende la mezcla continua de un jarabe de glucopiranosil-alditales con un contenido de materia seca de al menos 80% en peso y un contenido de glucopiranosil-alditales de al menos 95% en peso, preferentemente de al menos 98% en peso basado en la materia seca, siendo efectuada la mezcla mediante dispersión simultánea del jarabe de glucopiranosil-alditales y de los cristales de siembra que contienen glucopiranosil-alditales en un recipiente rotatorio abierto que contiene granulados a base de glucopiranosil-alditales, por lo cual el jarabe de glucopiranosil-alditales y los cristales de siembra que contienen glucopiranosil-alditales se mezclan en la superficie de los granulados a base de glucopiranosil-alditales contenidos en el recipiente, la recuperación de los granulados a base de glucopiranosil-alditales del recipiente y la cristalización de los glucopiranosil-alditales contenidos en dichos granulados, donde los granulados a base de glucopiranosil-alditales del recipiente se mantienen en movimiento por rotación del recipiente.
- 15 2. Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el jarabe de glucopiranosil-alditales se introduce en el recipiente en forma subdividida.
- 20 3. Un procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el jarabe de glucopiranosil-alditales se introduce en forma de gotas.
4. Un procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el jarabe de glucopiranosil-alditales se introduce en forma de chorros.
- 25 5. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el eje de rotación del recipiente está inclinado en relación con la horizontal.
6. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque los granulados a base de glucopiranosil-alditales se recuperan por desbordamiento a la salida del recipiente.
- 30 7. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque se recuperan granulados de 100 a 50 000 μm de diámetro.
- 35 8. Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque un jarabe de glucopiranosil-alditales, con un contenido de materia seca de al menos 80% en peso, se lleva a una temperatura de al menos 80 °C y se mezcla continuamente con cristales de siembra que contienen glucopiranosil-alditales, donde la relación cristales de siembra/jarabe, las dimensiones, la orientación del eje de rotación y la velocidad de rotación del recipiente se eligen de tal manera que el producto recuperado del recipiente aparece en forma de granulados de un diámetro medio de 100 a 50 000 μm .
- 40 9. Un procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque la relación cristales de siembra/jarabe no es superior a aproximadamente 4/1.
- 45 10. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque el recipiente está en forma de un depósito o de un tambor abierto con un fondo esencialmente plano.
11. Un procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque el eje de rotación del recipiente forma un ángulo de 25 a 45° en relación con la horizontal.
- 50 12. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque los granulados de glucopiranosil-alditales recuperados se maduran para aumentar su cristalinidad manteniendo los granulados a una temperatura de 50 a 90 °C durante 20 min a 2 horas, sin dejar de mantener los granulados en movimiento en una corriente de aire.
- 55 13. Un procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado porque los granulados de glucopiranosil-alditales madurados recuperados se trituran y se secan para obtener una humedad residual comprendida entre 2 y 10%.
14. Un polvo que contiene partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales obtenido por un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13.
- 60 15. Un polvo que contiene partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales obtenido por un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13 y que presenta un valor de compresión, según una prueba A, superior a 220 N, preferentemente comprendido entre 250 y 400 N, y aún más preferentemente comprendido entre 280 y 350 N, donde dicha prueba A consiste en medir la fuerza, expresada en Newton, que es representativa de la compresibilidad del polvo estudiado y que es necesaria para provocar la rotura de un comprimido preparado a partir de dicho polvo, es decir para provocar la aparición de líneas de ruptura en el seno de la masa constitutiva de este,
- 65

5 donde esa fuerza traduce por tanto la resistencia a la rotura del comprimido que es cilíndrico, con caras planas de un diámetro de 13 mm, de un espesor de 5 m y un peso de 0,696 g, es decir de una densidad aparente de 1,35 g/ml, donde dicha fuerza es ejercida contra la superficie periférica del comprimido en dirección al eje de giro de este último por medio de un tope móvil que se aplica contra dicha superficie a lo largo de una generatriz, donde dicho comprimido está inmovilizado en otra parte contra un tope fijo aplicado igualmente contra la superficie periférica del comprimido a lo largo de una generatriz diametralmente opuesta a aquella contra la cual se aplica el tope móvil.

10 16. Un polvo que contiene partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales según la reivindicación 15, caracterizado porque presenta, según el método de HOSOKAMA, una densidad aireada comprendida entre 0,700 y 0,750 g/ml y una densidad apisonada comprendida entre 0,700 y 0,750 g/ml.

15 17. Un procedimiento de fabricación de comprimidos por utilización de un polvo que contiene partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales como las definidas en cualquiera de las reivindicaciones 14 a 16 o que pueden ser obtenidos por un procedimiento como el definido en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13.

18. Un procedimiento de fabricación de confites por utilización de un polvo que contiene partículas cristalinas de glucopiranosil-alditales según cualquiera de las reivindicaciones 14 a 16 o que pueden ser obtenidos por un procedimiento como el definido en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13.