



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 365 133**

51 Int. Cl.:  
**C07C 31/18** (2006.01)  
**A23L 1/236** (2006.01)  
**A23G 3/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **03735749 .8**  
96 Fecha de presentación : **02.07.2003**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1539664**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **15.06.2005**

54 Título: **Cristalización de composiciones de polioles, producto de composición de polioles cristalinos y su utilización.**

30 Prioridad: **03.07.2002 FI 20021312**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**22.09.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**22.09.2011**

73 Titular/es: **DANISCO A/S**  
**Langebrogade 1 P.O. Box 17**  
**1001 Copenhagen K, DK**

72 Inventor/es: **Eroma, Olli-Pekka;**  
**Nygren, Johanna;**  
**Heikkilä, Heikki;**  
**Sørensen, Per, Bo;**  
**Sarkki, Marja-Leena;**  
**Fairs, Ian y**  
**Gros, Håkan**

74 Agente: **Durán Moya, Luis Alfonso**

ES 2 365 133 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**

Cristalización de composiciones de polioles, producto de composición de polioles cristalinos y su utilización

5 **CAMPO DE LA INVENCION**

La presente invención se refiere a una composición de polioles microcristalizados que tiene propiedades nuevas, a un procedimiento para la microcristalización de la composición de polioles y a la utilización de la misma en confitería, productos alimentarios, productos farmacéuticos y de higiene bucal y en productos dietéticos. La composición de polioles de la presente invención se basa en una mezcla de, como mínimo, dos polioles seleccionados entre maltitol, xilitol y lactitol. La presente invención da a conocer, específicamente, una composición de polioles microcristalina en la que los cristales se producen mediante microcristalización de la composición de polioles a partir de una solución de polioles líquida.

15 **ANTECEDENTES DE LA INVENCION**

Los polioles resultan atractivos como sustitutos del azúcar en contextos alimentarios debido a sus características metabólicas, dentales y técnicas. Entre los polioles, el maltitol, el xilitol y el lactitol han logrado una gran aceptación en diversas aplicaciones en las industrias alimentaria y farmacéutica.

El maltitol es un poliol que se produce comercialmente mediante la hidrogenación de maltosa. El maltitol tiene un poder edulcorante que es aproximadamente del 85 al 95% del de la sacarosa y muestra un efecto refrescante suave cuando se disuelve en la boca. El maltitol es no cariígeno y no dependiente de insulina, lo que promueve su utilización como sustituto del azúcar en confitería y alimentos dietéticos.

El maltitol tiene un punto de fusión de 148-151°C y una solubilidad del 62% (p/p) en agua a 20°C y ha estado durante largo tiempo disponible sólo en forma de jarabe, debido a que era difícil de cristalizar y debido a que el secado por pulverización de maltitol produce un polvo higroscópico pegajoso que se adhiere a las paredes de los equipos. La técnica anterior indica que no se conoce ningún procedimiento para la cristalización de maltitol a partir de soluciones impuras y que incluso la cristalización de maltitol puro es lenta y complicada.

Así, la patente EP 0 491 953 describe un procedimiento para la cristalización de maltitol alimentando una solución de maltitol a una extrusora, añadiendo cristales de siembra de maltitol, enfriando y amasando y, a continuación, extruyendo el magma resultante a través de una boquilla. Según la patente, el secado por pulverización de maltitol es problemático, ya que el maltitol tiende a formar soluciones sobresaturadas y tiene una velocidad de cristalización baja. El secado por pulverización ha dado como resultado productos pegajosos y vidriosos que no son satisfactorios.

En la patente US JP 9110491 los problemas con el secado por pulverización de maltitol se solucionaron primeramente provocando la precristalización del maltitol en una solución acuosa de maltitol que tenía una pureza de maltitol de 85-99,9% en peso durante 5 a 30 horas para proporcionar una masa cocida de maltitol que contenía hasta el 50% de cristales suspendidos y, a continuación, pulverizando la masa cocida en aire de secado. El producto resultante se envejecía durante 10 horas y, a continuación, se secaba adicionalmente.

En la patente US 4.408.041 y su patente divisional US 4.717.765 se añadían cristales de siembra de maltitol que tenían una pureza del 99,8% a una solución de maltitol al 80%, proporcionando una masa cocida que se secaba a continuación mediante pulverización, se fluidizaba y se envejecía para proporcionar un producto cristalino.

En la patente US 5.873.943 se condensaba un jarabe de maltitol que tenía una pureza del 92 al 99,9%, se cristalizaba para proporcionar cristales de siembra y se secaba por pulverización, proporcionando un sólido que contenía maltitol cristalizado.

Finalmente, la patente de Estados Unidos 5.651.829 describe un procedimiento en el que se posibilita la cristalización de maltitol en un aparato atomizador, pero sólo si se cumplen unas condiciones muy específicas de procedimiento. Así, la concentración de maltitol en el jarabe de maltitol debe ser, como mínimo, del 92%, el jarabe debe pulverizarse sobre un lecho pulverulento móvil que tiene una concentración de maltitol similar y que tiene una masa que es, como mínimo, dos veces la del jarabe. El producto resultante comprende micropartículas de maltitol cristalino aglomeradas entre sí.

El xilitol se produce comercialmente a partir de xilano obtenible de diversas fuentes vegetales. Es el que tiene mayor poder edulcorante de los polioles y se utiliza ampliamente en confitería, alimentos dietéticos, productos de higiene oral y en productos farmacéuticos. No sólo es no cariígeno, sino que también muestra propiedades anticariógenas, lo que hace su utilización, por ejemplo en pasta dentífrica, caramelos duros y goma de mascar, muy deseable. El xilitol proporciona un efecto refrescante acusado cuando se disuelve en la boca y esto es apreciado en muchas

aplicaciones.

El xilitol tiene una solubilidad de 63 (p/p) en agua a 20°C y cristaliza a partir de soluciones acuosas dando cristales que funden de 92 a 96°C. El xilitol cristalino muestra una higroscopicidad más alta que el maltitol y en solución tiene una viscosidad inferior al maltitol a la misma concentración.

El xilitol cristalino se produce convencionalmente por cristalización de soluciones acuosas. La cristalización de xilitol a partir de soluciones acuosas requiere una pureza alta de xilitol en la solución para proporcionar cristales aceptables (véase la patente US 4.066.711). Así, se han utilizado procedimientos cromatográficos complejos para proporcionar una pureza suficiente a la solución. El xilitol también se ha cristalizado por fusión a partir de fundidos sustancialmente exentos de agua, tal como se describe en la patente JP 7416929, y subsecuentemente también en la patente US 5.139.795. Los cristales obtenidos pueden ser molidos hasta un polvo antes de su utilización.

El xilitol se ha producido también en forma microcristalina, tal como se describe en la patente WO 99/59426, poniendo en contacto una solución de xilitol con partículas de xilitol sólidas suspendidas en gas, permitiendo que la microcristalización se desarrolle y recuperando un producto de xilitol microcristalino aglomerado, poroso.

El lactitol es un poliol con una capacidad edulcorante suave y un efecto refrescante bajo en comparación con el xilitol. En los últimos años, el lactitol ha ganado amplia aceptación en confitería, alimentos dietéticos y productos farmacéuticos tales como chocolate y preparados laxantes suaves.

El lactitol fue considerado durante mucho tiempo imposible de cristalizar de forma apropiada. Esto es debido en parte a la gran variedad de formas de lactitol que pueden cristalizarse a partir de una solución acuosa. Así, existen, como mínimo, dos formas anhidras de lactitol, que funden a 121-123°C y a 146-152°C respectivamente, como mínimo, un monohidrato que funde a 90-100°C, como mínimo, un dihidrato que funde a 72-75°C y, como mínimo, un trihidrato que funde a 38-45°C. El lactitol es además capaz de cristalizar en una variedad de estructuras lactitol-agua aleatorias y también solidifica en forma amorfa. La cristalización de lactitol a partir de una solución acuosa requiere una pureza de lactitol alta de la solución para proporcionar un producto cristalino estable. Actualmente, se conocen las condiciones específicas para cristalizar cada uno de los tipos de lactitol en forma pura y se describen en la patente WO 98/39350.

El lactitol también ha sido producido en forma microcristalina tal como se describe en la patente WO 99/47532. Se hace también referencia a la patente EP 832 899.

En la técnica anterior, también se describen algunos productos de poliol que contienen uno o varios de los presentes polioles, maltitol, xilitol y/o lactitol.

La patente de Estados Unidos 5.017.400 describe una combinación física de xilitol y maltitol cristalinos, molidos, para proporcionar una mezcla edulcorante con propiedades mejoradas del sabor.

La patente FR 2786665 describe una pasta para dulces, dura ("fondant") que contiene aceite vegetal o grasa y una mezcla que comprende maltitol y xilitol.

La patente de Estados Unidos 3.045.340 describe un producto de confitería duro que contiene xilitol y maltitol o lactitol. Los dulces son producidos fundiendo una mezcla de xilitol y maltitol o lactitol y añadiendo xilitol en polvo a la mezcla enfriada, con agitación.

La patente US 6.165.511 describe una composición de polioles obtenida secando por pulverización conjunta, como mínimo, dos polioles. El procedimiento requiere que, como mínimo, el 80% en peso del producto sea un poliol no higroscópico, que según los ejemplos es siempre manitol. El manitol es conocido por una higroscopicidad muy baja y por su solubilidad extremadamente baja y, por lo tanto, es fácil de secar por pulverización.

La patente US 5.958.471 describe una composición de polioles obtenida mediante secado por pulverización conjunta de una mezcla que consta esencialmente de sorbitol, xilitol y manitol disueltos en agua. El contenido de sorbitol en la mezcla es del 70 al 98%.

La patente US 5.376.389 describe un recubrimiento dual de xilitol y otro poliol en el que los polioles se pulverizan en forma de capas secuenciales sobre la superficie de las pastillas de chicle. Se dice que el recubrimiento dual proporciona una calidad de recubrimiento mejorada en comparación con un recubrimiento convencional de xilitol.

La patente WHO 99/18935 describe un coadyuvante para formación de tabletas, directamente moldeable, que contiene más del 90% en peso de xilitol y menos del 10% de otro poliol. Dicho coadyuvante se obtiene mediante secado por pulverización conjunta o mediante granulación conjunta de los polioles.

La patente de Estados Unidos 5.580.601 describe un producto de confitería en grano que contiene maltitol o xilitol en forma cristalina. Los cristales pequeños en polvo de los polioles respectivos se mezclan formando una masa de poliol solubilizado, proporcionando un dulce en grano y blando con un contenido de agua del 3 al 20%.

Aunque la técnica anterior incluye un vasto número de documentos que describen la cristalización de los presentes polioles por sí mismos, e incluso algunos documentos en los que se dan a conocer mezclas de polioles, es evidente que, en particular, la cristalización de xilitol, maltitol y lactitol posee problemas especiales que hacen complicada la cristalización.

Los polioles tienen una solubilidad alta y los productos producidos mediante secado por pulverización, en particular de soluciones que contienen impurezas, se han demostrado pegajosos e inestables. Un ejemplo típico de ello puede encontrarse en el secado por pulverización de maltitol, en el que la técnica anterior requiere una concentración de maltitol superior al 92% (patente de Estados Unidos 5.651.829) para evitar una pegajosidad indebida y obtener cristales satisfactorios por fluidización. La pegajosidad es debida también, habitualmente, al agua contenida y a productos amorfos, siendo ambos problemas bien conocidos de la cristalización de maltitol y lactitol.

El maltitol, xilitol y lactitol requieren, todos ellos, una pureza muy alta de sus soluciones acuosas para una cristalización convencional satisfactoria. Los polioles cristalizados de forma imperfecta tienden a ser higroscópicos, lo que provoca fácilmente inestabilidad durante el almacenamiento. No ha sido posible cristalizar satisfactoriamente polioles individuales a partir de soluciones acuosas que contenían impurezas, tales como otros polioles, en cantidades tan altas como el 25%.

Así, las combinaciones de polioles se han realizado, generalmente, mezclando físicamente cristales puros de los polioles por separado.

No obstante, en el contexto de la presente invención se ha descubierto, sorprendentemente, que los polioles no requieren la misma pureza para una microcristalización satisfactoria, según la presente invención. La presente composición de polioles microcristalinos se obtiene a partir de soluciones que tienen una cantidad muy alta de impurezas, es decir, a partir de soluciones que contienen, como mínimo, el 25% de otro poliol.

Los polioles útiles para proporcionar la composición de polioles de la presente invención pueden purificarse de forma natural individualmente antes de utilizarlos en la preparación de una mezcla de polioles para producto de alimentación líquido. No obstante, una de las ventajas de la presente invención es que dicha purificación no es necesaria y que pueden utilizarse mezclas brutas de polioles como material de partida.

Un objeto de la presente invención es dar a conocer un producto que evite los inconvenientes de la técnica anterior y que proporcione una composición de polioles no cariogena de maltitol, xilitol y/o lactitol de una forma mezclada íntimamente lista para su utilización.

Un objeto de la presente invención también es dar a conocer una pre-mezcla estable y homogénea de dos o más polioles, mezcla que tenga un contenido deseado de cada uno de los polioles en la mezcla y en la que no exista separación y/o fraccionamiento de los polioles dentro de la composición en sí.

Un objeto de la presente invención también es dar a conocer una composición de polioles estable que sea sustancialmente no higroscópica y fluida.

Es un objeto de la presente invención desarrollar una composición de poliol que tenga la capacidad edulcorante deseada, efecto refrescante, efecto laxante, efecto no cariogénico o anticariogénico, en otras palabras, una composición que tenga las propiedades deseadas de cada uno de los polioles de la composición. Incluyendo los polioles en la misma composición es posible evitar la necesidad de mezclas separadas de los diversos componentes polioles en el momento de su utilización. Los polioles mezclados íntimamente en la composición homogénea no están sometidos a separación y/o segregación.

Un objeto de la presente invención también es dar a conocer una nueva composición granular de polioles que sea adecuada para su utilización en confitería, así como en las industrias alimentaria y farmacéutica. Un objeto de la presente invención también es dar a conocer un procedimiento mejorado para la cristalización de una composición o de composiciones de polioles.

Otro objeto de la presente invención es dar a conocer un producto en partículas de composición de polioles en un procedimiento que transforma una solución de polioles en un producto sólido de composición de polioles en una operación general.

También es un objeto dar a conocer un procedimiento que tenga una operación general rápida. El procedimiento proporciona la cristalización de la solución de polioles en un tiempo significativamente más corto que la cristalización convencional. De este modo, el presente procedimiento de cristalización dura sólo segundos en el aire, mientras que una cristalización acuosa estándar dura horas, en su mayor parte decenas de horas.

5 Una ventaja de la presente invención es que da a conocer una composición edulcorante no cariogena en la que se aprovechan las propiedades anticariogenas del maltitol y/o del lactitol y el elevado poder edulcorante del xilitol.

10 Otra ventaja de la presente invención es que da a conocer una composición edulcorante no cariogena en la que el efecto refrescante acusado del xilitol, que no es deseado, por ejemplo, en chocolates, se reduce por medio del maltitol y/o lactitol.

15 También es una ventaja que la presente invención da a conocer una composición edulcorante no cariogena en la que el retrogusto ardiente, que se siente en algunos casos cuando se utiliza xilitol como único edulcorante, se reduce mediante el maltitol y/o el lactitol.

#### RESUMEN DE LA INVENCION

20 Se ha descubierto ahora, sorprendentemente, que puede obtenerse un producto cristalino no pegajoso de polioles combinando la microcristalización de, como mínimo, dos de los polioles maltitol, xilitol y lactitol. La presente invención se define en las reivindicaciones adjuntas.

25 La presente invención proporciona, de este modo, una composición de polioles microcristalizados, según la reivindicación 1.

La composición de polioles microcristalizados es un producto sólido que comprende una composición granular porosa de microcristales aglomerados aleatoriamente que contiene maltitol, xilitol y/o lactitol.

30 Se proporcionan composiciones preferentes mediante combinaciones de dos de dichos polioles. Dichas combinaciones contienen del 25 al 75% de xilitol y del 75 al 25% en peso de maltitol o del 25 al 75% en peso de xilitol y del 75 al 25% en peso de lactitol. Las composiciones preferentes de dos polioles contienen el 30% o más de cada uno de los dos polioles y, de modo más preferente, cantidades aproximadamente iguales de los dos polioles.

35 Las combinaciones de tres polioles también son posibles. En este caso, no obstante, solo se requiere que dos de ellos estén presentes en, como mínimo, el 25% en peso, aunque puede ser preferente que dos de ellos comprendan aproximadamente el 90% o más del peso de la composición. Una composición preferente de tres polioles contiene el 30% o más de cada uno de los polioles y, del modo más preferente, cantidades aproximadamente iguales de los tres polioles.

40 Las composiciones de polioles que incluyen menos del 25% de dos de los presentes polioles no están incluidas dentro de la presente invención. Una proporción inferior al 25% de los respectivos polioles no es lo suficientemente alta para impartir la propiedad deseada a la composición.

45 La composición de polioles microcristalina de la presente invención es esencialmente seca. Esto quiere decir que el contenido en humedad libre del producto final es inferior al 1% y preferentemente inferior al 0,5%, de modo más preferente del 0,05 al 0,5%. La composición puede contener adicionalmente agua unida a los cristales, especialmente en forma de cristales de hidrato de lactitol.

50 La composición de polioles microcristalizados preferente, según la presente invención, es sustancialmente homogénea y uniforme y consta esencialmente en la totalidad de su estructura de una multitud de microcristales aglomerados aleatoriamente que contienen dos o más de dichos polioles microcristalizados juntos.

55 La invención también abarca productos microcristalinos que tienen un núcleo interno que difiere de la porción exterior microcristalizada. Dicho núcleo puede comprender maltitol, xilitol y/o lactitol molidos en la misma proporción que el producto microcristalizado o en alguna otra proporción deseada. El núcleo puede comprender también partículas molidas o microcristalinas de otros polioles capaces de actuar como núcleos para la microcristalización de la presente invención. Dichos polioles incluyen manitol, sorbitol, isomalt, eritritol, etc. Finalmente, el núcleo puede comprender ingredientes inertes o activos que están recubiertos por los microcristales que se forman en la torre de microcristalización. Dichos ingredientes incluyen vitaminas, minerales, colorantes, sabores, compuestos aromáticos, productos farmacéuticos, etc.

60 El procedimiento de cristalización de la presente invención es una microcristalización fluidizada, en la que un producto de alimentación líquido de, como mínimo, dos polioles disueltos se pulveriza en contacto con un producto

de alimentación seco de cristales de polioles suspendidos en un gas, humedeciendo dicha pulverización la superficie del producto de alimentación seco. El disolvente de la fase líquida se transfiere a la fase gaseosa por evaporación. Esto provoca la microcristalización del poliol disuelto sobre las partículas de poliol del producto de alimentación seco. Las partículas de la composición de polioles microcristalizados resultantes, en una realización preferente de la invención, se recogen sobre la superficie inerte para formar una capa de polvo aglomerado porosa. La composición se acondiciona, a continuación, proporcionando una composición aglomerada aleatoriamente, sólida, de polioles microcristalinos. La relación entre los dos o tres polioles en las alimentaciones es de tal modo que la composición microcristalina resultante contiene, como mínimo, el 25% en peso de cada uno de, como mínimo, dos de los polioles.

## 10 DESCRICIÓN DETALLADA DE LA INVENCIÓN

La composición de polioles de la presente invención incluye, como mínimo, el 25% en peso de dos polioles seleccionados entre maltitol, xilitol y lactitol, lo que significa que la solución de polioles microcristalizados contiene, como mínimo, el 25% en peso de un primer y de un segundo poliol. El segundo poliol comprende una "impureza" desde el punto de vista de la cristalización del primer poliol. A pesar de la presencia de esta "impureza", los polioles cristalizan, sorprendentemente, formando una composición microcristalina estable no pegajosa que contiene los polioles en una mezcla sustancialmente uniforme en la totalidad del producto.

La composición de polioles microcristalinos es un producto estable y homogéneo y no puede tener lugar la separación o segregación de los polioles en la mezcla.

El carácter microcristalizado de la composición de polioles la hace muy especialmente adecuada para diversas utilidades finales. De este modo, las partículas porosas pueden proporcionarse en diversos tamaños, desde unos pocos milímetros a unos pocos micrómetros. Sólo se necesita una trituración suave para romper el producto en las caras cristalinas. La estructura microcristalina también hace el producto se puede prensar directamente en comprimidos. En contraste con esto, la mezcla física de cristales de polioles correspondientemente molidos no es directamente comprimible.

El carácter microcristalino de la composición de polioles, que es esencial en la invención, se consigue mediante el procedimiento de producción.

En una realización preferente de la presente invención se pone en contacto una solución acuosa de los polioles con partículas fluidizadas que contienen polioles microcristalinos, las partículas húmedas se secan en un flujo de gas caliente y se deja que los polioles presentes sobre la superficie de las partículas formen nuevos microcristales sobre la superficie de dichas partículas.

La microcristalización por fluidización que se utiliza para producir las presentes composiciones de polioles asegura que la mayor parte de la cristalización tiene lugar mientras las partículas están en estado fluidizado, es decir, suspendidas en un gas inerte. Cuando la solución de polioles, que se pulveriza sobre las partículas de polioles sólidas suspendidas en la corriente de gas, se seca, los polioles de la solución cristalizan en forma de microcristales diminutos sobre las superficies de las partículas. Al mismo tiempo, las partículas húmedas entran en contacto entre sí en la corriente de gas y se adhieren una a otra formando partículas más grandes mediante aglomeración aleatoria de las partículas más pequeñas. La cristalización en el procedimiento es extremadamente rápida y la solución se transforma de un líquido en un sólido en cuestión de segundos. Las partículas de secado pueden recogerse de tal modo que formen una capa aglomerada porosa, que cuando se seca es quebradiza en el sentido de que se rompe fácilmente en las superficies de contacto en microcristales discretos que puentean dos partículas adheridas.

El acondicionamiento de la capa porosa permite que la microcristalización se desarrolle durante un tiempo suficiente para proporcionar un producto final que consta sustancialmente de una composición de polioles microcristalinos. Aunque el acondicionamiento dura más tiempo que la microcristalización, la cristalización general del líquido que proporcione el sólido final es rápida. El proceso, habitualmente, dura de hora y media a dos horas mientras la cristalización convencional dura habitualmente decenas de horas.

En una realización preferente de la invención, las partículas húmedas se secan sustancialmente mientras precipitan con la corriente de aire en cocorriente y se permite que se asienten formando una capa porosa de polioles microcristalinos aglomerados. Esta capa, a continuación, se acondiciona y se enfría. Las condiciones de microcristalización se seleccionan de tal modo que la capa enfriada está seca, es porosa y quebradiza. Si se desea, la capa puede romperse en fracciones más pequeñas.

En otra realización de la invención, las partículas se retienen en un estado suspendido en una corriente de un gas inerte tal como aire, nitrógeno o dióxido de carbono, mientras que la solución de poliol adicional se pulveriza sobre sus superficies hasta que las partículas han crecido hasta un tamaño o peso predeterminado o se han combinado con otras partículas hasta dicho tamaño o peso. A continuación, las partículas se eliminan de la corriente de gas, por

ejemplo, mediante gravedad y se acondicionan tal como se ha descrito anteriormente.

El producto de alimentación seco suspendido en gas se proporciona preferentemente mediante recirculación de una porción de producto microcristalino producido en el mismo proceso. Dichas partículas pueden comprender polvo atrapado en el aire de secado en circulación o puede ser polvo o partículas finas proporcionadas por la trituración de la masa microcristalizada aglomerada. Al poner en marcha, en ausencia de la composición de polioles microcristalinos, el producto de alimentación seco sólido del procedimiento puede comprender polioles cristalinos molidos de otra fuente. Este producto de alimentación seco sólido, no obstante, puede reemplazarse progresivamente reciclando parte del producto microcristalino, para proporcionar una estructura microcristalina total o en cualquier caso sustancialmente microcristalina en todo el producto. El tamaño de las partículas del producto de alimentación seco es generalmente inferior a 200  $\mu\text{m}$ , preferentemente inferior a 100  $\mu\text{m}$ .

El producto de alimentación líquido y/o el producto de alimentación seco pueden contener una porción secundaria de un excipiente, un ingrediente activo o inerte y/u otro edulcorante diferente a maltitol, xilitol o lactitol. De este modo, el producto de alimentación seco puede comprender, por ejemplo, un polvo que contenga un núcleo de material seleccionado del grupo que consiste en cristales molidos de dichos, como mínimo, dos polioles, cristales molidos y/o microcristales de otro poliol, cristales molidos, microcristales y/o polvos de otro(s) ingrediente(s) inerte(s) o activo(s).

En la presente memoria descriptiva y reivindicaciones, el término "microcristalización" y "microcristalizado" debe entenderse como indicación de una microcristalización fluidizada, es decir, la cristalización de los componentes disueltos de un líquido que está fluidizado o suspendido en forma de pequeñas gotas en un gas durante el procedimiento de cristalización principal. El gas de fluidización evapora el componente disolvente del líquido y la mezcla de componentes sólidos forma microcristales diminutos en estado fluidizado.

La técnica de fluidización que se utiliza para producir la composición de polioles proporciona características únicas al producto que no son obtenibles mezclando cristales de polioles molidos ni mediante cristalización por fusión de una mezcla de polioles fundida. La microcristalización fluidizada proporciona un producto poroso en el que los microcristales están unidos de forma relativamente suelta entre sí. Esto hace el producto adecuado para el prensado directo en comprimidos. También facilita la disolución del producto. El producto es estable y homogéneo, no higroscópico y fluido y no se segrega en sus componentes por separado.

Los términos "microcristalino" y "microcristal", tal como se utilizan a lo largo de las presentes memoria descriptiva y reivindicaciones, debería entenderse que significan cristales muy pequeños producidos mediante la técnica explicada de microcristalización fluidizada y que tienen un tamaño cuyo valor medio es inferior a 50  $\mu\text{m}$ . Los cristales de la presente invención tienen un tamaño en el orden de 5 a 10  $\mu\text{m}$  de media, o incluso inferior. A diferencia de los presentes microcristales, los cristales obtenidos mediante cristalización y recuperación por filtración del poliol y centrifugación a partir de suspensiones líquidas mediante técnicas de cristalización conocidas anteriormente son cristales discretos cuyo tamaño de partículas, en promedio, es del orden de 100 a 1.000  $\mu\text{m}$  o superior.

El término "acondicionamiento" que se utiliza en las presentes memoria descriptiva y reivindicaciones indica un procedimiento por el que las partículas microcristalizadas, que retienen todavía una determinada cantidad de disolvente libre y, por lo tanto, también una pequeña porción de poliol disuelto o amorfo contenido en el mismo, se mantienen en condiciones que promueven la evaporación del disolvente libre, dando como resultado una solidificación sustancialmente completa de los polioles. El acondicionamiento se efectúa más rápidamente a una temperatura ligeramente elevada. No obstante, la temperatura debería mantenerse siempre bastante por debajo del intervalo de fusión de los polioles. El acondicionamiento también incluye habitualmente llevar el producto, finalmente, a condiciones ambientales.

La expresión "disolvente libre" indica disolvente que no está enlazado en la estructura cristalina. El disolvente puede ser cualquier disolvente inerte y no tóxico adecuado, tal como agua o un alcohol. El disolvente preferente es agua y, por ejemplo, el agua de hidrato enlazada al cristal de monohidrato o dihidrato de lactitol no debe confundirse con el agua libre o la humedad libre del producto.

De los polioles útiles en la presente invención, el xilitol y el maltitol son conocidos comúnmente sólo por formar cristales anhidros, mientras que el lactitol puede formar cristales en formas anhidra, monohidrato, dihidrato o trihidrato. Las condiciones de la microcristalización determinan qué cristales de lactitol se formarán. A altas temperaturas, la forma anhidra es predominante, mientras que las temperaturas bajas favorecen la formación de monohidrato y dihidrato. El trihidrato es menos estable y generalmente se transforma en una u otra de las formas cristalinas. Debido a la alta sobresaturación y a la alta proporción de "impurezas" en el líquido de microcristalización, pueden formarse las mezclas de lactitol anhidro y monohidrato de lactitol.

Además, todos los polioles son capaces de solidificar en forma amorfa y las mezclas de polioles amorfos pueden estar incluidas, de este modo, en la mezcla. La masa cristalina puede incluir, de este modo, hasta un 20% de

maltitol, xilitol y/o lactitol amorfos, más generalmente menos del 15% y preferentemente menos del 10% en peso.

Las composiciones de polioles de la presente invención forman una mezcla perfecta e íntima en la que los diversos polioles no pueden distinguirse visualmente. Además, se ha descubierto que las composiciones contienen en cada uno de los microcristales formas cristalinas individuales de los diversos polioles. Así, los ensayos realizados mediante difracción de rayos X y calorimetría de barrido diferencial (DSC) han revelado que los polioles en la composición no forman típicamente cocristales verdaderos, es decir, cristales que tienen una estructura cristalina de unión distinguible de la de los polioles individuales.

No obstante, se ha descubierto que los microcristales de una mezcla sustancialmente equimolar de maltitol y xilitol forman una mezcla eutéctica que tiene un punto de fusión diferente del de los polioles individuales. De este modo, el maltitol ya funde en la mezcla eutéctica con xilitol a 90°C (el punto de fusión normal del maltitol es 148-151°C). Esto permite utilizar maltitol fundido a una temperatura significativamente más baja que sin la mezcla eutéctica. La temperatura baja puede utilizarse en caramelos duros, en granulación de fusión y en contacto con cualquiera de los ingredientes que son termosensibles y que no pueden someterse al alto punto de fusión del maltitol puro. La composición también tiene una entalpía de fusión más baja que el valor combinado para xilitol y maltitol cristalinos.

La composición de polioles microcristalizados puede utilizarse como tal, tal como se obtiene directamente del procedimiento, puede romperse en gránulos o se puede moler formando un polvo o puede moldearse en la forma deseada. El producto puede triturarse, molerse y/o clasificarse, por ejemplo por cribado, proporcionando un producto de un tamaño y de una distribución de tamaños deseados.

Aunque el tamaño de los gránulos del producto granular obtenible, según la presente invención, no es crítico y puede variar según la utilización pretendida del producto, el tamaño medio de partículas de los gránulos de la composición de polioles se encuentra generalmente entre 0,05 y 2,0 mm. El tamaño medio de partículas es generalmente de 0,1 a 0,4 mm. Cada uno de los gránulos contiene una masa de microcristales diminutos. El tamaño de partículas y la distribución de partículas de los gránulos puede controlarse para adecuarlo a la utilización pretendida.

La composición de polioles microcristalizados, según la presente invención, puede utilizarse como masa o como edulcorante para el reemplazo total o parcial de sacarosa o de otros agentes edulcorantes. De este modo, es útil en productos dietéticos, en confitería, productos horneados, cereales, postres, helados, mermeladas, bebidas, etc., especialmente en chocolate, mazapán, goma de mascar, caramelos duros y edulcorantes de mesa granulados o comprimidos. También es útil en productos de higiene oral tales como pasta dentífrica y enjuagues bucales.

La composición de polioles, según la presente invención, también es útil en productos farmacéuticos en los que está incluida, preferentemente, como edulcorante, excipiente, diluyente y/o vehículo. La composición de polioles también puede utilizarse como ingrediente activo, por ejemplo para proporcionar un efecto anticariógeno por medio del xilitol o un efecto laxante por medio del lactitol. El producto que contiene los microcristales, según la invención, puede comprimirse directamente en comprimidos.

Incluso aunque en algunas situaciones la naturaleza microcristalina de la composición de polioles puede perderse durante la utilización final, por ejemplo, disolviendo en una masa o fundiendo en un caramelo, la presente composición de polioles ofrece la ventaja de proporcionar una mezcla íntima de dos o tres edulcorantes deseables no cariógenos. El producto comprende una pre-mezcla no segregante que es mucho más fácil de utilizar que si se tuvieran que mezclar diferentes polioles para cada receta.

Una realización preferente de la presente invención se refiere a un edulcorante no cariógeno especial que comprende una composición de polioles microcristalinos. Dicho edulcorante puede incluir otros componentes tales como excipientes, aglutinantes y/u otros edulcorantes.

Dichos otros edulcorantes son también, preferentemente, edulcorantes no cariógenos tales como edulcorantes intensos tomados del grupo que comprende edulcorantes dipeptídicos, sacarina, acesulfamo K, aspartamo, alitamo, esteviósido, ciclamato, sucralosa y neohesperidina dihidrochalcona, etc.

El edulcorante no cariógeno, según la presente invención, consta esencialmente de una composición de maltitol/xilitol microcristalinos.

Otros componentes que pueden utilizarse en el edulcorante y/u otras aplicaciones tales como en preparaciones farmacéuticas pueden comprender, por ejemplo, celulosa microcristalina, carboximetilcelulosa, polidextrosa, dextrosa, maltodextrina, lactosa, azúcar, fructosa, glucosa, lactosa, manitol, sorbitol, eritritol e isomalta.

El producto de alimentación líquido que se utiliza en el procedimiento de cristalización de la presente invención

comprende, generalmente, una solución que contiene los dos o tres polioles disueltos en agua a una concentración total del 60-90% con respecto a la sustancia seca. En una realización alternativa, los polioles individuales se pulverizan simultáneamente como soluciones separadas sobre las partículas del producto de alimentación seco. Las soluciones separadas pueden pulverizarse intermitentemente y/o sucesivamente en la torre. No obstante, en esta situación es más difícil determinar que el producto resultante sea homogéneo. La composición de polioles que contiene microcristales también puede microcristalizarse con otros compuestos. De este modo, si el producto de alimentación sólido y/o líquido comprende otros componentes, tales como uno o varios de los edulcorantes o excipientes, aglutinantes, ingredientes activos o inertes, etc, mencionados anteriormente, el producto descargado del aparato de cristalización contendrá dicho(s) otro(s) componente(s) íntegramente en su estructura. También puede alimentarse una pulverización secundaria o terciaria de otro componente sólido o líquido al aparato de microcristalización en contacto con la composición o las composiciones de polioles de microcristalización.

Sólo pueden utilizarse los componentes adicionales que no interfieren de manera significativa y negativa con la microcristalización, según la presente invención. Específicamente, es necesario que los componentes adicionales y sus cantidades se seleccionen de tal modo que las partículas de microcristalización estén sustancialmente secas en el momento en que dejen el estado suspendido. Si las partículas inicialmente secadas contienen demasiada humedad, se aglomerarán formando estructuras compactas, duras y grandes, en las que la microcristalización no puede asegurarse en todo el producto, el producto puede ser inestable e higroscópico y la trituración del producto para proporcionar gránulos fluidos puede ser dificultosa.

Otras realizaciones de la presente invención se refieren a la utilización de la composición de polioles como tal o en la producción de productos finales útiles. Dichos productos son, típicamente, productos comestibles, productos farmacéuticos y/o productos de higiene oral tales como los mencionados anteriormente. La composición de polioles microcristalinos de la presente invención puede utilizarse ventajosamente, por ejemplo, en la producción de chocolate y goma de mascar o en productos de pastelería.

La presente invención se describirá ahora con mayor detalle. No obstante, la descripción no debería tomarse como limitante de la invención a la redacción precisa de la misma. Un experto en la técnica será capaz de proporcionar numerosas modificaciones y variaciones del procedimiento sin desviarse de la invención, tal como se define en las reivindicaciones adjuntas.

Los gránulos de la composición de polioles microcristalinos producidos, según la presente invención, se muestran en los dibujos acompañantes, en los que

La figura 1 es una fotografía tomada con el microscopio electrónico de barrido (SEM) que muestra una estructura de composición de maltitol/xilitol con un aumento de 400 veces.

La figura 2 es una fotografía tomada con el microscopio electrónico de barrido (SEM) que muestra la estructura de la figura 1 con un aumento de 4.800 veces.

En un procedimiento de microcristalización fluidizada, según la presente invención, se proporciona un líquido que contiene polioles disueltos. El componente disolvente de dicho líquido es preferentemente agua, aunque los polioles también pueden microcristalizarse a partir de otros disolventes tales como alcoholes, por ejemplo, etanol o isopropanol.

La concentración total de polioles de una solución de alimentación acuosa que contiene los dos o tres polioles debería ser preferentemente superior al 50% con respecto a la sustancia seca (DS), con el fin de proporcionar rápidamente la sobresaturación para la cristalización. Dicha concentración es preferentemente del 60-90% con respecto a la sustancia seca, preferentemente del 60-80% con respecto a la sustancia seca.

Antes de alimentar la solución en un aparato de microcristalización, la solución, preferentemente, se calienta, con el fin de facilitar la eliminación subsiguiente del componente disolvente y con el fin de proporcionar más rápidamente unas condiciones de cristalización adecuadas en dicho aparato. La temperatura y la concentración de la solución, así como la cantidad de gas en el aparato debería seleccionarse de tal modo que permita que el disolvente se evapore durante la cristalización suspendida en gas a la temperatura de microcristalización. Teniendo en cuenta que la cristalización de los presentes polioles libera energía y que la evaporación consume energía, el equilibrio energético debería ser tal que proporcione una temperatura de cristalización óptima y una evaporación suficiente del disolvente. El producto que yace sobre el lecho no debería estar fundido o húmedo.

La solución debería distribuirse en forma de pequeñas gotas en el aparato de microcristalización. Con este propósito, la solución, preferentemente, se atomiza a una presión a través de la boquilla dentro de dicho aparato.

La solución atomizada se pone en contacto con partículas de poliol sólidas suspendidas en gas o fluidizadas,

preferentemente partículas de poliol microcristalinas recirculadas del procedimiento en sí. De modo más preferente, una fracción fina del producto se recircula. Dicha fracción fina tiene típicamente un tamaño medio de partículas inferior a 0,2 mm, preferentemente inferior a 0,1 mm. No obstante, cuando se desean partículas de producto individuales más grandes, las partículas de poliol correspondientemente más grandes pueden recircularse o alimentarse al aparato desde otra fuente. Las partículas sólidas secas también pueden ser polvo o partículas finas atrapadas en el aire de secado y retroalimentadas al aparato como producto de alimentación sólido.

La solución se pone, de modo general, en contacto con las partículas sólidas suspendidas en el gas en una parte superior del aparato de microcristalización. Aquí, las partículas húmedas y cualquier gotícula libre de la solución de composición de polioles encuentran un gas de secado tal como aire caliente que se introduce en el aparato para proporcionar la eliminación del componente disolvente de dicha solución. El disolvente evaporado se elimina del aparato junto con el gas de secado.

El secado debería realizarse de tal modo que se elimine sustancialmente el disolvente mientras dicho material de composición de polioles se encuentre todavía en un estado suspendido en gas. Cuando el disolvente es agua, dicho secado debería proporcionar una composición de poliol suspendida secada hasta un contenido de humedad del 3 al 0,5%.

En el caso de que el secado no sea suficiente o de que se haya alimentado demasiado líquido al aparato, en otras palabras, si el equilibrio energético es incorrecto, la composición de polioles estará demasiado húmeda y los cristales se pegarán entre sí formando una estructura densa o tipo jarabe, en la que los microcristales individuales ya no podrán diferenciarse apropiadamente. Por otra parte, demasiada energía puede evitar la cristalización o puede, incluso, fundir los cristales.

Una cantidad sustancial de alimentación de composición de polioles sólida se necesita con el fin de obtener un producto microcristalino particulado satisfactoriamente. La relación adecuada entre alimentación de composición de poliol líquida y alimentación de composición de poliol sólida varía con las condiciones de microcristalización. La relación debería seleccionarse de tal modo que se proporcione un humedecimiento de las superficies de las partículas sólidas sin disolver el núcleo de las partículas de siembra. Se ha encontrado que una relación entre producto de alimentación líquido y producto de alimentación seco entre 2:1 y 1:4, preferentemente entre 1:1 y 1:2, con respecto a la sustancia seca es la más adecuada en un sistema acuoso realizado en un sistema cocorriente. La relación puede modificarse siempre que se mantenga un equilibrio energético correcto.

Las partículas húmedas suspendidas pueden secarse mediante un sistema cocorriente o contracorriente de gas de secado. El gas cocorriente fluirá hacia abajo con las partículas que precipitan, mientras que la corriente de gas contracorriente retendrá las partículas en un estado fluidizado o suspendido en gas durante un tiempo más largo. Naturalmente, también puede utilizarse un flujo de gas horizontal o inclinado.

Las partículas transportadas hacia abajo con la corriente de gas cocorriente en un aparato de microcristalización deberían estar sustancialmente secas, es decir, el contenido de humedad libre no debería exceder el 3% en el momento en que alcancen la porción inferior del aparato y se dejen sedimentar sobre la misma. La superficie de sedimentación es preferentemente un medio que permite la creación de una capa adecuada y sirve para ajustar el tiempo de residencia en la capa. Una cinta moviéndose a una velocidad suficiente para permitir la creación de una capa aglomerada porosa de composición de polioles es generalmente adecuada. La capa tiene típicamente un espesor de 0,5 a 15 cm, preferentemente de 3 a 7 cm. La capa debería ser, preferentemente, tan porosa que el gas penetre fácilmente a través de la misma.

La capa aglomerada de composición de polioles solidificada debería estar, además, acondicionada de tal modo que permita que la microcristalización se desarrolle en la capa. Dicho acondicionamiento incluye, preferentemente, dos o más etapas o fases separadas con diferentes temperaturas. La capa se trata preferentemente, por ejemplo, insuflando a través de la misma un gas de secado caliente. La temperatura, humedad relativa y cantidad de gas de secado se selecciona de tal modo que proporcione condiciones de microcristalización adecuadas en la capa.

Las partículas microcristalizadas están acondicionadas a la temperatura de 40-90°C, preferentemente de 65-72°C, del modo más preferente de 67-70°C, a un contenido de humedad libre del 1%, preferentemente del 0,05 al 0,5%.

El acondicionamiento puede realizarse, preferentemente, en varias etapas sucesivas con un perfil de temperatura adecuado del gas de secado de tal modo que se asegure un secado apropiado y la microcristalización de la composición de polioles. El acondicionamiento debería continuar durante un tiempo suficiente para permitir que la microcristalización de cualquier poliol líquido tenga lugar en la capa.

Cuando la composición de polioles microcristalizados se recircula dentro del procedimiento, debería tenerse cuidado con recircular sólo partículas esencialmente secas. Pueden surgir problemas si el producto de alimentación seco

comprende material reciclado que esté húmedo. La capa microcristalizada debería estar, de este modo, apropiadamente seca antes de la trituración y/o reciclaje.

5 Si la superficie sobre la que se permite sedimentar la capa es plana, el resultado será una placa sustancialmente plana y quebradiza que comprende composición de polioles microcristalinos. No obstante, la composición de polioles microcristalinos también puede recogerse en moldes que tengan cualquier forma deseada tal como terrones de azúcar semejantes a los ordinarios, o barras, tiras, cubos, etc.

10 Cuando el producto que contiene microcristales está en forma de una capa aglomerada, es generalmente deseable quebrar la capa para proporcionar los gránulos discretos. Sólo se requiere, normalmente, una acción de trituración suave para romper los enlaces entre microcristales individuales.

15 Los gránulos de composición de polioles que contienen microcristales resultantes pueden molerse y fraccionarse y una porción de los finos puede recircularse para proporcionar el producto de alimentación seco al aparato de microcristalización.

Generalmente, la capa de composición de polioles microcristalinos se rompe de tal modo que se proporcionen gránulos que tengan un tamaño de partículas medio de 0,05 a 2,0 mm, preferentemente de 0,1 a 0,4 mm.

20 En el caso en el que el aire de secado se insufla a contracorriente del movimiento hacia debajo de las partículas húmedas en el aparato de microcristalización, las partículas se fluidizarán en el mismo. Mediante una acción de fluidización adecuada, las partículas se harán recircular dentro del aparato. En el aparato tendrá lugar simultáneamente la humectación, el secado y la microcristalización de partículas. Cada una de las partículas pasará a través de varias etapas de humectación y secado/microcristalización, chocando con otras partículas y creciendo cada vez más hasta que la partícula alcance el tamaño y el peso en el que el aire de fluidización no pueda retenerlas más tiempo en un estado fluidizado. En esta etapa, las partículas precipitarán a la parte inferior del aparato y pueden eliminarse de allí para acondicionarlas, por ejemplo tal como se ha descrito anteriormente.

30 El producto de alimentación sólido al aparato de microcristalización en el caso contracorriente comprende preferentemente polvo y partículas finas recuperadas de la circulación del aire de secado.

35 En la composición granular de polioles microcristalinos según la presente invención cada uno de los gránulos comprende sustancialmente en la totalidad de su estructura una multitud de microcristales de composición de poliol aglomerados conjuntamente de una forma aleatoria.

Los microcristales de cada uno de los gránulos de producto de la presente invención son individualmente muy pequeños en comparación con los cristales formados mediante los procedimientos de cristalización de la técnica anterior. El tamaño de los microcristales de cada una de las partículas es preferentemente de 5-10  $\mu\text{m}$  de media.

40 La invención se ilustrará ahora mediante unos pocos ejemplos. Estos ejemplos no se deben tomar de ningún modo como limitación de la invención.

#### Ejemplo 1

45 Microcristalización de maltitol/xilitol 50:50.

50 Se prepararon soluciones de alimentación líquida de maltitol/xilitol disolviendo maltitol cristalino (C\*Maltidex CH16385 producido por Cerestar, Krefeld, Alemania; maltitol del 99,7% de pureza con respecto a la sustancia seca) en una solución acuosa de xilitol (xilitol producido por Xyrofin Oy, Kotka, Finlandia; xilitol del 97,1% de pureza con respecto a la sustancia seca) hasta una concentración total del 67 al 73% con respecto a la sustancia seca. La relación entre maltitol y xilitol fue de 1:1 en peso. La solución de alimentación se calentó hasta una temperatura de 55-63°C y se filtró.

55 La mezcla de productos de alimentación secos inicial se proporcionó mezclando xilitol cristalino molido con maltitol cristalino molido, también en una relación 1:1 en peso. Después de la fase inicial (véase la tabla 1, líneas 1 y 2), las partículas microcristalizadas de maltitol/xilitol se recircularon como producto de alimentación seco.

60 Los ensayos se realizaron con un aparato Niro Filtermat FMD 6.3. La solución caliente se atomizó por aire a la parte superior del aparato. El aire de atomización se calentó a 55-75°C y las paredes del aparato a 40-50°C. Las gotículas atomizadas precipitaron sobre la superficie del polvo de producto de alimentación seco alimentado a la zona de la boquilla de atomización. La relación de producto de alimentación entre producto de alimentación líquido y producto de alimentación seco se indica en la tabla 1. Las gotículas parcialmente secadas precipitaron con una corriente de aire caliente laminar cocorriente alimentada a través de dos entradas separadas Pr1 y Pr2 a 550 kg/h y 200 kg/h,

respectivamente, hacia una cinta móvil en la parte inferior de la torre de pulverización. Sobre la cinta se creó una capa de polvo porosa aglomerada. La cinta se movió con velocidades variables con la capa sedimentada a través de dos zonas de acondicionamiento I y II que alimentaban aire a 200 kg/h y 250 kg/h, respectivamente. El aire de la segunda zona se deshumidificó antes de la pulverización.

5 La capa acondicionada se condujo a un triturador giratorio y después a un tambor giratorio de secado. El producto se calentó en el tambor con aire caliente deshumidificado. Después del secado en tambor, el producto se secó en un secador de lecho fluido con aire deshumidificado a 40°C; a continuación, el producto se envasó en bolsas.

10 Las condiciones de ensayo se indican en la tabla 1.

Tabla 1: condiciones de microcristalización, X/M 1:1

Producto de alimentación líquido		Producto de alimentación seco	Relación de producto de alimentación*	Temp. aire °C		Acondicionamiento °C		Tambor °C
% con respecto a DS	°C	tipo		Pr1	Pr2	I	II	
72,5	57-58	Crist.	1:2,3	130	90	75	60	80
73	58-69	Crist.	1:3	125	90	60	60	80
67	58-59	Microcrist.	1:2,3	120	90	60	60	80
68	58-59	Microcrist.	1:2,6	120	90	60	60	40
68	63	Microcrist.	1:2,5	123	90	60	75	80

\* La relación de producto de alimentación indica la relación entre el producto de alimentación líquido y el producto de alimentación seco

Ejemplo 2

15 Propiedades físicas de maltitol/xilitol microcristalino

Una masa de maltitol/xilitol microcristalino producida según el ejemplo 1 (última fila de la tabla 1) se analizó para determinar sus propiedades físicas.

20 El producto microcristalino fundía a aproximadamente el punto de fusión del xilitol debido al comportamiento eutéctico del producto de maltitol/xilitol. El comportamiento de fusión se observó mediante calorimetría de barrido diferencial (DSC) y no se registró ningún pico en el punto de fusión del maltitol de 148-151°C.

25 Se utilizaron los procedimientos de análisis siguientes:

La humedad se midió utilizando la valoración coulombimétrica de Karl Fischer

La densidad se midió con un densitómetro

El análisis calorimétrico de barrido diferencial (DSC) se realizó a una velocidad de 10°C/minuto

30 Fluidez: una muestra de 500 g se vertió en un embudo seco cuya abertura inferior se bloqueó. La abertura inferior se desbloqueó y se midió el tiempo necesario para que la totalidad de la muestra fluyera fuera del embudo.

Densidad aparente: La muestra se vertió en un cilindro de medición de 1.000 ml. La muestra se golpeó 10 veces, se niveló y la cantidad de la muestra se pesó.

35 Higroscopicidad: se pesaron en una placa de Petri 10 g de la muestra. La placa abierta se colocó en una cabina de humedad. Se midió el cambio en el peso. La temperatura de la cabina de climatización fue de 25°C y la humedad relativa del 60%.

Distribución del tamaño de partículas: Se utilizaron análisis de cribado para determinar el tamaño de las partículas.

40 Velocidades de disolución: se colocaron 100 g de la muestra en 100 g de agua a 20°C. Para mezclar la solución se utilizó un mezclador de paletas pequeño a 250 rpm. Durante la disolución se midió el índice de refracción y se registró el tiempo necesario para la disolución.

Los resultados de los análisis se muestran en la Tabla 2.

**Tabla 2.** Resultados de los análisis de la composición de maltitol/xilitol

Análisis	Molido regular	Molido fino	Molido extrafino
HPLC Pb <sup>2+</sup> , % en DS			
-xilitol	49,1	49,0	49,3
-maltitol	49,6	49,6	49,7
-otros	0,9	0,9	0,9
Humedad, %	0,22	0,20	0,19
Fluidez, s	26	no	no
Densidad aparente			
-vertido, g/l	714	545	404
-golpeado, g/l	729	562	416
DSC			
-inicio, °C	84,9	86,2	85,7
-pico, °C	89,0	89,3	89,1
-entalpía, J/g	118	118	116
Otros picos, °C	112,6	113,7	113,5
-entalpía, J/g	mínima	mínima	mínima
Análisis de cribado			
Tamaño medio de partículas, mm	0,26	0,16	0,10
-coef. de variación, %	39	39	42
Tamaño de partículas-Pamas			
-tamaño medio de partículas, micrómetros		17,7	16,6
Velocidad de disolución, min	3,5	3,0	3,0
Higroscopicidad			
% en 22 h-Absorción de agua, % en 22 h	0,68	0,53	0,56

5 El xilitol/maltitol microcristalino mostró en fotografías del microscopio electrónico de barrido (SEM) a un aumento de 400 veces (figura 1) una miríada de cristales pequeños que parecían terrones de cristales normales pero más pequeños. La estructura microcristalina se observó muy claramente con un aumento de 4.800 veces (figura 2).

#### Ejemplos 3

10 Microcristalización de maltitol/xilitol 25:75.

Aproximadamente 500 g de una mezcla 50/50 de cristales molidos de xilitol y maltitol se dispusieron en un secador de lecho fluido de laboratorio Aeromatic. Las soluciones acuosas de xilitol-maltitol con una concentración del 70% con respecto a la sustancia seca y una relación de xilitol a maltitol de 75 a 25 se pulverizaron sobre los cristales en el secador.

15 La temperatura del lecho del secador fue de 54 a 63°C. El tiempo de pulverización fue de 4 minutos, después del cual el lecho se secó a una temperatura constante primeramente a aproximadamente 60°C durante aproximadamente 5 minutos y, a continuación, a aproximadamente 65°C durante aproximadamente 40 minutos. El procedimiento se repitió varias veces hasta que una porción principal del producto comprendió microcristales.

20 El producto microcristalino resultante tenía una estructura uniforme y una humedad del 0,08%. El comportamiento de fusión de los cristales se analizó mediante DSC. El calentamiento se realizó de 30°C a 170°C a 10°C/mm. Los microcristales mostraron un pico a 93°C y otro pico muy pequeño a 148°C. Esto indica que los microcristales de maltitol fundieron a una temperatura inferior debido al comportamiento eutéctico de la composición.

#### 25 Ejemplo 4

Microcristalización de maltitol/lactitol 50:50.

30 Se prepararon soluciones de alimentación líquida de maltitol/lactitol disolviendo maltitol cristalino (C\*Maltidex CH16385 producido por Cerestar, Krefeld, Alemania; maltitol del 99,7% de pureza con respecto a la sustancia seca) en una solución acuosa de lactitol (Lactitol CM 50 producido por Xyrofin Oy, Kotka, Finlandia) hasta una concentración total del 67 al 73% con respecto a la sustancia seca. La relación entre maltitol y lactitol fue de 1:1 en peso. La solución de alimentación se calentó hasta una temperatura de 55-75°C y se filtró.

35 La mezcla de productos de alimentación secos inicial se proporcionó mezclando lactitol cristalino molido con maltitol cristalino molido, también en una relación 1:1 en peso. Después de la fase inicial (véase la tabla 3; línea 1), las partículas microcristalizadas de maltitol/lactitol se recircularon como producto de alimentación seco.

Los ensayos se realizaron con un aparato Niro Filtermat FMD 6.3. La solución caliente se atomizó por aire a la parte superior del aparato. El aire de atomización se calentó a 55-75°C y las paredes del aparato a 45-60°C. Las gotículas atomizadas precipitaron sobre la superficie del polvo de producto de alimentación seco alimentado a la zona de la boquilla de atomización. La relación de producto de alimentación entre producto de alimentación líquido y producto de alimentación seco se indica en la tabla 1. Las gotículas parcialmente secas precipitan con una corriente de aire caliente laminar cocorriente alimentada a través de una boquilla Pr1 a 480 kg/h hacia una cinta móvil en la parte inferior de la torre de pulverización. Sobre la cinta se creó una capa de polvo porosa aglomerada.

La cinta se movió a velocidades variables con la capa sedimentada a través de dos zonas de acondicionamiento I y II que alimentaban aire caliente a 200 kg/h cada una. El aire de la segunda zona se deshumidificó antes de la pulverización.

La capa acondicionada se condujo a un triturador giratorio y después a un tambor de secado giratorio. El producto se calentó en el tambor con aire caliente deshumidificado. Después del secado en tambor, el producto se secó en un lecho fluido con aire deshumidificado a 40°C y, a continuación, el producto se envasó en bolsas.

Las condiciones de ensayo se indican en la tabla 3.

**Tabla 3:** condiciones de microcristalización, M/L 1:1

Producto de alimentación líquido		Producto de alimentación seco	Relación de producto de alimentación*	Temp. aire °C	Acondicionamiento °C		Tambor °C
% con respecto a DS	°C	tipo		Pr1	I	II	
6B	65-75	Crist.	1:1	170	75	80	40
6B	70	Microcrist.	1:1,2	175	70	70	40

\* La relación de producto de alimentación indica la relación entre el producto de alimentación líquido y el producto de alimentación seco

Ejemplo 5

Microcristalización de xilitol/maltitol 50:50.

Se realizó la microcristalización de xilitol/lactitol en lecho fluido en continuo en un aparato que tenía una cámara de secado de lecho fluido, equipado con un sistema de boquilla de pulverización en el interior en la parte media de la cámara. El aparato comprende una criba inferior con un agujero para descargar las partículas más pesadas y un ciclón para recuperar las partículas ligeras.

La cámara se carga con 500 g de xilitol en polvo y 500 de lactitol en polvo para que actúen como material de siembra inicial para la microcristalización de la composición de xilitol/lactitol. El producto de alimentación seco en polvo se fluidiza con un flujo de aire (temperatura de 55-85°C) a través de la criba inferior. Se alimenta una solución de lactitol (99% de pureza con respecto a la sustancia seca) y xilitol (98,5% de pureza con respecto a la sustancia seca) que tiene una concentración total del 65% con respecto a la sustancia seca) a una temperatura de 70°C a la cámara con una bomba, atomizada por medio de una boquilla y se pulveriza sobre el polvo fluidizado.

La solución se suministra a una velocidad de 1 kg/h a presión de 1,5 bar al polvo seco fluidizado. La velocidad del flujo de aire se ajusta para fluidizar la composición y para evaporar el agua a una velocidad suficiente para cristalizar la composición de polioles. Se forma un aglomerado microcristalino cuando la solución de polioles cristaliza alrededor de las partículas de polvo. Los aglomerados permanecen en un estado fluidizado hasta que precipitan cuando su peso es lo suficientemente alto. Los aglomerados de polioles microcristalizados se descargan continuamente a través de la abertura inferior.

En la cámara de secado, las partículas no aglomeradas más ligeras se eliminan desde la parte superior de la cámara atrapadas en la corriente de aire saliente. Este material microcristalino fino se recupera en un ciclón y se alimenta de nuevo a la cámara para que actúe como una corriente de producto de alimentación seco continua.

El producto aglomerado descargado se acondiciona a una temperatura de 45-50°C durante 30 minutos para equilibrar la microcristalización.

Las condiciones del estado estacionario se alcanzan cuando todo el xilitol y el lactitol en polvo utilizado como producto de alimentación seco de partida se ha descargado del procedimiento. El producto obtenido a continuación es un producto totalmente microcristalino que consta a lo largo de la totalidad de su estructura de una composición

de xilitol/lactitol microcristalina.

#### Ejemplo 6

##### 5 Goma de mascar

Un producto de maltitol/xilitol microcristalino producido según el procedimiento del ejemplo 1 que tenía un tamaño medio de partículas de aproximadamente 300 µm se evaluó en una producción de goma de mascar en barra estándar y se comparó con una goma de mascar fabricada a partir de xilitol molido disponible comercialmente que tenía un tamaño de partículas en el que el 90% era < 100 µm.

Se utilizaron los siguientes ingredientes:

Ingrediente	% de base fresca
Base de goma, Nova Base (Dreyfus)	25,0
Jarabe de sorbitol, Sorbifin LS (Xyrofin)	7,2
a) xilitol molido (Xyrofin)	55,0
b) maltitol/xilitol microcristalino	55,0
Manitol, molido (Cerestar)	8,0
Glicerina (Henkel)	2,0
Sabor de menta líquido (IFF)	1,2
Sabor de menta en polvo (IFF)	1,6
Aspartamo (Nutrasweet)	según sea necesario. (0,05)

15 Las gomas de mascar se producen situando la mitad del xilitol o del maltitol/xilitol en polvo, respectivamente, en un mezclador de paletas en Z y mezclando en una base de goma reblandecida a una temperatura del mezclador de 40°C. Los ingredientes se combinaron completamente antes de añadir el ingrediente siguiente. A continuación, se añadió el sorbitol líquido, seguido de la porción restante del xilitol o del maltitol/xilitol, respectivamente, del manitol y del sabor en polvo.

20 La glicerina se combinó con el sabor líquido y el aspartamo y se añadió al mezclador. Tan pronto como se formó una pasta homogénea, se retiró del mezclador y se espolvoreó con manitol molido. La pasta se laminó al espesor requerido y se cortó.

25 La goma de xilitol cristalina comercial se procesa aproximadamente en 11 minutos. La goma terminada tenía un comportamiento satisfactorio al mascar y no dio problemas durante el procesamiento. La goma microcristalina de maltitol/xilitol se procesó un poco más rápidamente, en aproximadamente 8 minutos. La pasta producida era muy blanda y la goma finalizada tenía una textura más suave que el lote producido con el xilitol cristalino comercial. Esto puede atribuirse al tamaño de partículas más grande del material. No se detectó ninguna textura arenosa cuando se mascó la muestra.

30 Como puede observarse a partir de los resultados anteriores, el maltitol/xilitol microcristalino es adecuado para utilizar en una goma de mascar en barra.

##### 35 Ejemplo 7

##### Caramelo duro

40 El producto microcristalino de maltitol/xilitol producido según el procedimiento del ejemplo 1 se evaluó en una producción estándar de caramelos duros. Se utilizaron los ingredientes siguientes:

Maltitol/xilitol microcristalinos
Lactitol cristalino (Danisco Sweeteners)
Agua
45 Acesulfamo K (Hoechst)
Sabor de arándano (DI 27328)
Ácido cítrico (Bahrat Starch Industries, Ltd)

50 Una mezcla de maltitol/xilitol microcristalinos al 20% y lactitol al 80% se diluyó con agua y se dispuso en una cubeta. El lote se calentó primeramente sobre una placa caliente hasta que se solubilizó todo el material. A continuación, el lote se transfirió a un horno al vacío y se calentó adicionalmente. La mezcla formó una masa pegajosa incluso a una temperatura relativamente baja. A continuación, el jarabe se transfirió del horno a una tabla y se templó hasta que se logró una textura adecuada para llevarla al rodillo de producción de pastillas de caramelo. La masa templada se

alimentó a través del rodillo de producción de pastillas de caramelo. Los caramelos, una vez troquelados, fueron de una calidad aceptable.

Ejemplo 8

5  
 10  
 15  
 20  
 25  
 30  
 35  
 40  
 45  
 50  
 55  
 60

Jaleas de pectina

El producto microcristalino de maltitol/xilitol producido según al procedimiento del ejemplo 1 se evaluó en una producción estándar de jalea de pectina.

Se utilizaron los ingredientes siguientes:

- Maltitol/xilitol microcristalinos
- Pectina (CF 120) (Danisco Ingredients)
- Agua
- Citrato de sodio
- Ácido cítrico (Bahrat Starch Industries, Ltd)
- Litesse Ultra®, solución al 70% (Danisco Sweeteners)
- Sabor de frambuesa

Los ingredientes anteriores se procesaron dando una jalea según una receta estándar de jalea de pectina que se utilizó previamente para xilitol cristalino. El maltitol/xilitol microcristalino formó una jalea aceptable con una buena elasticidad.

Ejemplo 9

Chocolate

Se evaluó una mezcla de maltitol/xilitol microcristalinos producida según el procedimiento descrito en el ejemplo 1 en una producción de chocolate estándar.

Se utilizaron los ingredientes siguientes

- |                                  |       |
|----------------------------------|-------|
| Maltitol/xilitol microcristalino | 46,0% |
| Licor de cacao (BCM)             | 42,0% |
| Manteca de cacao (BCM)           | 11,8% |
| Lecitina (Lucas Myer)            | 0,2%  |

El edulcorante se mezcló con el licor de cacao. La mezcla resultante se pasó a continuación a través de tres refinadores de rodillos para producir una hojuela. La hojuela se mezcló de nuevo y se añadió una parte de la manteca de cacao. La mezcla se refinó con presión aumentada para producir una hojuela con un contenido en grasa del 32%. La hojuela resultante se almacenó antes de introducirla en la concha.

La masa de hojuela se calentó a 40°C. Esta temperatura calentó la hojuela lo suficiente para facilitar el procesamiento sin sobrecalentamiento. La masa se cargó en una concha y la manteca de cacao restante se añadió para producir un chocolate fino con un 35% de grasa. Se añadió toda la lecitina una hora antes de retirar la masa de la concha.

El chocolate producido con maltitol/xilitol microcristalinos tenía un efecto refrescante inferior al chocolate producido con xilitol estándar.

Ejemplo 10

Pastel de Madeira

Se evaluó una mezcla de maltitol/xilitol microcristalinos producida según el procedimiento descrito en el ejemplo 1 en una producción de pastel de Madeira estándar.

Se utilizaron los ingredientes siguientes:

- |                                      |        |
|--------------------------------------|--------|
| Harina para pastelería, termotratada | 22,53% |
| Maltitol/xilitol microcristalino     | 20,73% |
| Huevo, fresco, entero                | 18,03% |

Agua	15,72%
Grasa hidrogenada y superglicerizada	13,52%
Litesse <sup>R</sup> II	5,21%

5	Leche desnatada en polvo	1,60%
	Albúmina de huevo seca en pulverizador	1,10%
	Levadura química en polvo	0,90%
	Sal	0,60%
	Acesulfamo K	0,06%

10 Los ingredientes líquidos se mezclaron en un recipiente y, a continuación se añadieron los ingredientes secos y, a continuación, la grasa. La mezcla se realizó a una velocidad 1 durante 30 segundos y la masa se fue raspando. A continuación, el mezclado se continuó a velocidad 2 durante 1,5 minutos y la masa se fue raspando. El mezclado a velocidad 2 se continuó durante 1,5 minutos más hasta una densidad relativa de 0,70-0,75. La masa se depositó en cestas de papel que contenían 300 g cada una y se horneó en un horno a 200°C durante 30 minutos. El pastel finalizado tenía una calidad buena tanto en textura como en sabor.

#### Ejemplo 11

#### 20 Ensayo de envasado

25 Se analizó la estabilidad en envasado de maltitol/xilitol microcristalinos 50:50 producido en una planta piloto Niro Filtermat FMD 6.3 según el procedimiento descrito en el ejemplo 1. Se utilizaron tres tipos de envases. Éstos comprendían dos bolsas y una caja. Las capas de las bolsas y de la caja fueron las siguientes: una bolsa tenía tres capas de papel y una capa de PE de 0,076 mm de espesor; la otra bolsa tenía tres capas de papel y una capa de PE de 0,120 mm de espesor y la caja de cartón tenía una bolsa interior de LDPE de 0,120 mm de espesor.

30 El material microcristalino se cargó en las bolsas y cajas y los envases se cerraron cuidadosamente y se almacenaron sin apilar para evitar ejercer presión sobre el material. Las bolsas se almacenaron durante tres meses y se analizaron visualmente y manualmente dos veces durante el tiempo de ensayo.

Los ensayos mostraron que el maltitol/xilitol microcristalino permaneció fluido durante todo el periodo de ensayo en todos los ensayos de materiales envasados.

35

## REIVINDICACIONES

1. Composición de polioles microcristalizados que consta esencialmente de dos o tres polioles, que son:

- 5 - xilitol y lactitol;  
 - xilitol y maltitol; o  
 - xilitol, lactitol y maltitol,

10 **caracterizada porque** dicha composición de polioles microcristalizados contiene, como mínimo, el 25% en peso de cada uno de dichos polioles microcristalizados conjuntamente en una composición aglomerada aleatoriamente, granular, fluida, no higroscópica, no segregante, microcristalina, que tiene un contenido de humedad libre inferior al 1%, y en la que los microcristales individuales tienen un tamaño medio de 5 a 10  $\mu\text{m}$  o inferior.

15 2. Composición de polioles microcristalizados, según la reivindicación 1, en la que dicho producto sólido tiene una humedad libre del 0,05 al 0,5%.

20 3. Composición de polioles microcristalizados, según la reivindicación 1, que contiene el 30% o más de xilitol y de maltitol o el 30% o más de xilitol y de lactitol, comprendiendo dicha composición cantidades iguales de dichos polioles.

4. Composición de polioles microcristalizados, según la reivindicación 1, que contiene una combinación de los tres polioles mencionados, en la que dos de dichos polioles comprenden el 90% o más del peso de dicha composición.

25 5. Composición de polioles microcristalizados, según la reivindicación 1, que contiene una combinación de los tres polioles mencionados, en la que cada uno de los tres polioles mencionados representa el 30% o más del peso de dicha composición.

30 6. Composición de polioles microcristalizados, según la reivindicación 1 ó 2, que es una composición sustancialmente homogénea y uniforme que consta esencialmente en la totalidad de su estructura de una multitud de microcristales aglomerados aleatoriamente que contienen dos o más de dichos polioles microcristalizados conjuntamente.

35 7. Composición de polioles microcristalizados, según la reivindicación 6, que contiene esencialmente una combinación de dos de dichos polioles.

8. Composición de polioles microcristalizados, según la reivindicación 6, en la que dicha composición contiene adicionalmente un componente amorfo secundario de uno o más de dichos polioles.

40 9. Composición de polioles microcristalizados, según la reivindicación 8, en la que dicha composición contiene hasta el 20%, preferentemente menos del 15%, de componente amorfo de uno o más de dichos polioles.

45 10. Composición de polioles microcristalizados, según la reivindicación 1, en la que dicha composición contiene adicionalmente de forma integral en su estructura componentes adicionales tales como excipientes, aglutinantes, ingredientes activos o inertes y/u otros edulcorantes.

11. Composición de polioles microcristalizados, según la reivindicación 1, en la que dicha composición comprende una porción de núcleo interno que es diferente de la porción externa microcristalizada.

50 12. Composición de polioles microcristalizados, según la reivindicación 11, en la que dicha composición comprende un núcleo interno de maltitol, xilitol y/o lactitol molidos, comprendiendo dicho núcleo interno, preferentemente, maltitol, xilitol y/o lactitol molidos en la misma proporción que la proporción de maltitol, xilitol y/o lactitol en el núcleo externo microcristalino, comprendiendo dicho núcleo interno opcionalmente partículas molidas o microcristalinas de otro(s) poliol(es) o ingredientes activos y/o inertes molidos o en polvo.

55 13. Composición de polioles microcristalizados, según la reivindicación 1, en la que dicha composición contiene microcristales que tienen una proporción xilitol/maltitol en peso de 1:1.

60 14. Composición de polioles microcristalizados, según la reivindicación 1, en la que dicha composición tiene una entalpía de fusión que es inferior al valor calculado para xilitol cristalino y maltitol cristalino combinados.

15. Composición de polioles microcristalizados, según la reivindicación 1, en la que cada uno de los, como mínimo, dos polioles están microcristalizados conjuntamente formando un producto microcristalino sólido que tiene una estructura granular porosa y sustancialmente homogénea, estando constituida dicha estructura por microcristales

aglomerados aleatoriamente de dichos polioles adheridos conjuntamente mediante microcristalización en el estado fluidizado.

5 16. Procedimiento para la microcristalización de polioles en una composición de polioles, según la reivindicación 1, **caracterizada porque**

10 - un producto de alimentación líquido de, como mínimo, dos polioles disueltos, que son xilitol y lactitol; xilitol y maltitol; o xilitol, lactitol y maltitol, se pulveriza en contacto con un producto de alimentación seco suspendido en gas de cristales pequeños que contiene los mismos polioles de tal modo que se humedece la superficie de dichas partículas de producto de alimentación seco con dicho producto de alimentación líquido, siendo la relación entre producto de alimentación líquido y producto de alimentación seco entre 2:1 y 1:4,

15 - el disolvente de dicho producto de alimentación líquido se evapora en la etapa suspendida en gas provocando la microcristalización de dichos polioles disueltos sobre dichas partículas de producto de alimentación seco y las partículas de alimentación húmedas se secan hasta un contenido de humedad libre del 0,5-3% en el estado suspendido en gas,

20 las partículas microcristalinas se acondicionan a una temperatura de 40-90°C para proporcionar una composición de polioles microcristalina aglomerada aleatoriamente en gramos, siendo la relación de dichos, como mínimo, dos polioles en dichas alimentaciones tal que la composición microcristalina resultante contiene, como mínimo, el 25% en peso de cada uno de dichos, como mínimo, dos polioles.

25 17. Procedimiento, según la reivindicación 16, en el que dicho producto de alimentación líquido comprende una solución que contiene, como mínimo, dos polioles disueltos en agua a una concentración del 60-90% con respecto a la sustancia seca.

30 18. Procedimiento, según la reivindicación 16, en el que dicho producto de alimentación líquido comprende soluciones separadas de cada uno de dichos, como mínimo, dos polioles disueltos en agua, pulverizándose dichas soluciones separadas simultáneamente sobre dichas partículas de producto de alimentación en seco.

35 19. Procedimiento, según la reivindicación 16, en el que dicho producto de alimentación líquido comprende soluciones separadas de cada uno de dichos, como mínimo, dos polioles disueltos en agua, pulverizándose dichas soluciones por separado e intermitentemente sobre dichas partículas de producto de alimentación en seco.

40 20. Procedimiento, según la reivindicación 16, en el que el producto de alimentación seco comprende una composición de polioles microcristalizados recirculados que se ha molido y/o cribado hasta un tamaño de partículas inferior a 200 µm, preferentemente inferior a 100 µm.

45 21. Procedimiento, según la reivindicación 16, en el que la relación entre producto de alimentación líquido y producto de alimentación seco es entre 1:1 y 1:2 con respecto a la sustancia seca.

50 22. Procedimiento, según la reivindicación 16, 17, 18, 19 ó 20, en el que dicho producto de alimentación líquido y/o producto de alimentación seco contiene una porción secundaria de un excipiente, un ingrediente activo o inerte y/u otros edulcorantes distintos a maltitol, xilitol o lactitol.

55 23. Procedimiento, según la reivindicación 16, en el que el producto de alimentación seco comprende un polvo que contiene un material de núcleo seleccionado del grupo constituido por cristales molidos de dichos, como mínimo, dos polioles, cristales molidos y/o microcristales de otro poliol, cristales molidos, microcristales y/o polvos de otro(s) ingrediente(s) inerte(s) o activo(s), estando molido y/o cribado dicho material de núcleo hasta un tamaño de partículas inferior a 200 µm, preferentemente inferior a 100 µm.

60 24. Procedimiento, según la reivindicación 16, en el que dichas partículas suspendidas en gas se retienen en un estado suspendido hasta que han crecido hasta un peso predeterminado.

55 25. Procedimiento, según la reivindicación 16, en el que las partículas microcristalizadas se recogen del estado suspendido sobre una superficie para que formen una capa de polvo aglomerado poroso.

60 26. Procedimiento, según la reivindicación 16, en el que las partículas microcristalizadas están acondicionadas a una temperatura de 65-72°C, preferentemente de 67-70°C, a un contenido de humedad libre del 1%, preferentemente del 0,05 al 0,5%.

27. Procedimiento, según la reivindicación 25, en el que la capa aglomerada acondicionada se tritura proporcionando un producto granular que tiene un tamaño medio de gránulo, en promedio, de 0,05 a 2 mm,

preferentemente de 0,1 a 0,4 mm.

- 5 28. Utilización de la composición de polioles microcristalizados, según la reivindicación 1, como masa o edulcorante especial para reemplazar total o parcialmente la sacarosa.
29. Utilización de la composición de polioles microcristalizados, según la reivindicación 1, en confitería, productos de pastelería, cereales, postres, mermeladas, bebidas, chocolate, mazapán, edulcorantes de mesa, goma de mascar, helados y productos dietéticos, así como en productos farmacéuticos y de higiene oral.
- 10 30. Utilización, según la reivindicación 29, en la que dicha composición de polioles se utiliza en una preparación farmacéutica o de higiene oral como ingrediente activo o como un componente sustancialmente inerte tal como un diluyente, vehículo, excipiente y/o edulcorante.
- 15 31. Utilización, según la reivindicación 29, en la que dicha composición de polioles está incluida en una goma de mascar no cariogena y/o cariostática.
32. Utilización, según la reivindicación 29, en la que dicha composición de polioles microcristalizados se comprime directamente formando un comprimido.
- 20 33. Procedimiento para preparar un producto comestible, farmacéutico y/o de higiene oral, **caracterizado por** la utilización de una composición de polioles microcristalizados, según la reivindicación 1, en la producción de cualquiera de dichos productos, comprendiendo dicha composición de polioles microcristalizados, como mínimo, dos polioles, en la que dichos polioles se seleccionan del grupo constituido por maltitol, xilitol y lactitol y en la que dicha composición contiene, como mínimo, el 25% en peso de cada uno de, como mínimo, dos de dichos polioles
- 25 microcristalizados conjuntamente en un producto microcristalino sólido.