

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 388 494**

51 Int. Cl.:
C07H 3/02 (2006.01)
C07H 3/04 (2006.01)
A23P 1/00 (2006.01)
A23G 4/10 (2006.01)
A23L 1/09 (2006.01)
A23L 1/236 (2006.01)
A23G 3/34 (2006.01)
A23G 3/38 (2006.01)
A23G 3/42 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **10175145 .1**
96 Fecha de presentación: **25.07.2008**
97 Número de publicación de la solicitud: **2264042**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **22.12.2010**

54 Título: **Micronización de polioles**

30 Prioridad:
27.07.2007 EP 07113374

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
15.10.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
15.10.2012

73 Titular/es:
Cargill, Incorporated
15407 McGinty Road West
Wayzata, MN 55391, US

72 Inventor/es:
Stouffs, Robert, Henri, Marcel y
Gonze, Michel, Henri, Andre

74 Agente/Representante:
de Elzaburu Márquez, Alberto

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).

ES 2 388 494 T3

DESCRIPCIÓN

Micronización de polioles

Campo técnico.

5 La presente invención se refiere a la micronización de polioles. Se pueden obtener polioles con propiedades mejoradas y se pueden aplicar en alimentos, piensos, y en aplicaciones cosméticas y farmacéuticas.

Fundamentos de la invención

Los polvos de poliol se preparan de acuerdo con distintas tecnologías. Los polioles pueden ser cristalizados, liofilizados, extruidos, secados por pulverización, o aglomerados con vapor.

10 Los documentos US 4.408.041, US 6.120.612 y US 5.932.015 se refieren todos ellos a diferentes procesos de cristalización de maltitol.

El documento US 5.160.680 describe un método para preparar directamente manitol granulado compresible, en el que el polvo de manitol es sometido a un tratamiento de extrusión.

15 El documento EP-A-1430887 describe la preparación de polvos inhalables para uso en la administración de sustancias activas terapéuticamente por inhalación. Estos polvos se forman mezclando un polvo grueso que tiene un tamaño medio de partícula de 17 a 50 μm , con un polvo fino que tiene un tamaño medio de partícula de 2 a 8 μm .

El documento WO 2004/067595A describe un procedimiento para preparar un poliol granular, p. ej. maltitol, que implica moler una composición seca para dar un tamaño de partícula de aproximadamente 200 a aproximadamente 2000 μm .

20 El documento WO 2006/127560A se refiere a una composición para goma de mascar que comprende polioles. El tamaño medio de partícula de la composición de poliol descrita se encuentra en el intervalo de aproximadamente 30 μm a aproximadamente 600 μm .

Además, se sabe producir un polvo de lactosa que tiene una distribución de tamaños de partícula de 10 a 50 μm , usando un micronizador, "Sanitary Design Micronizer, Jet Mills aceptado por el USDA", 2005 STURTEVANT, INC.

25 Actualmente existe la necesidad de un procedimiento simple y económico que permita obtener un poliol de alta calidad.

La presente invención proporciona dicho procedimiento.

Sumario de la invención.

La presente invención se refiere a un procedimiento para micronizar un poliol sólido, comprendiendo dicho procedimiento las etapas siguientes:

- 30
- a) tomar un poliol sólido,
 - b) alimentar el poliol en un molino de chorro y aplicar presión con gas nitrógeno, en donde la presión aplicada en el molino de chorro está en el intervalo de 2 a 6 bares, y
 - c) recoger el poliol micronizado,

35 y en el que el poliol sólido se elige entre eritritol, treitol, arabinitol, xilitol, ribitol, alitol, altritol, gultol, galactitol, manitol, sorbitol, talitol, maltitol, isomaltitol, isomalt, lactitol y mezclas de dos o más de ellos.

Los polioles micronizados obtenidos de acuerdo con el procedimiento de la presente invención son útiles en la elaboración de alimentos, piensos, o composiciones cosméticas o farmacéuticas, en particular en la elaboración de composiciones para goma de mascar.

Descripción detallada

40 El poliol micronizado obtenido de acuerdo con el procedimiento de la presente invención tiene típicamente una distribución de tamaños de partícula (d_{50}) de 20 a 60 μm , y una capacidad de fluidez menor que o igual a 5 s/100 g, preferentemente menor que 5 s/100 g.

45 Aunque no hay una definición concreta, el término "micronizado" se usa generalmente para describir partículas que tienen un diámetro medio de menos de 10 μm , siendo normalmente la mayoría de las partículas de un tamaño entre 2 y 5 μm . La presente invención, sin embargo, se refiere a una distribución diferente de tamaños de partícula y, en el

contexto de la presente invención, un poliol micronizado tiene una distribución de tamaños de partícula (d_{50}) de 20 a 60 μm .

En los ejemplos se describe el ensayo para medir la capacidad de fluidez.

5 El poliol micronizado obtenido mediante el procedimiento de la presente invención puede compararse favorablemente con el correspondiente poliol molido. Aunque el poliol micronizado tiene una distribución de tamaños de partícula más pequeña (d_{50}) que el correspondiente poliol molido, sorprendentemente se mejora su capacidad de fluidez.

El poliol se elige entre el grupo que consiste en eritritol, treitol, arabinitol, xilitol, ribitol, alitol, altritol, gultitol, galactitol, manitol, sorbitol, talitol, maltitol, isomaltitol, isomalt, lactitol y mezclas de ellos.

10 En una realización preferida, el poliol se elige entre el grupo que consiste en maltitol, isomalt, manitol, sorbitol, xilitol, eritritol, y mezclas de uno o más de los mismos. En realizaciones más específicas, el poliol es eritritol o manitol.

El poliol micronizado obtenido por el procedimiento de la invención tiene típicamente un índice de compresibilidad igual o mayor que 40. Este índice de compresibilidad hace que sea un potencial candidato para su aplicación en comprimidos. El índice de compresibilidad se describe en los ejemplos.

15 Los molinos de chorro o molinos de *jet* abarcan cualquier equipo que permita la micronización de material en partículas y, en concreto, la micronización de polioles. Típicamente el equipo adecuado es un equipo que permite la reducción del tamaño de partícula por métodos mecánicos y es capaz de proporcionar el poliol micronizado con una distribución de tamaño de partícula (d_{50}) de 20 a 60 μm . El equipo más típico puede incluir molinos de chorro tales como molinos de chorro en espiral y molinos de chorros opuestos. Un equipo adecuado típico comprende una
20 cámara de molienda cilíndrica en la que se introduce un gas a alta velocidad a través de boquillas de chorro situadas alrededor de las paredes de la cámara. El material en partículas que ha de ser micronizado se introduce en la cámara de molienda impulsado por un gas bajo presión y, en el interior de la cámara, es acelerado alrededor de las paredes internas de dicha cámara en virtud de la introducción en la misma del gas a alta velocidad. El movimiento del gas dentro de la cámara tiene por resultado la creación de un vórtice dentro del cual es arrastrado el material en
25 partículas. Las partículas del material son, por tanto, obligadas a someterse a repetidas colisiones entre ellas y, como resultado, la distribución del tamaño de partícula (d_{50}) del material en partículas se reduce. Las partículas de tamaño reducido, es decir, el producto micronizado, sale de la cámara transportado por el gas de escape y, típicamente, se hacen pasar a un filtro de ciclón adecuado.

30 La distribución del tamaño de partículas del producto micronizado está determinada en gran parte por la presión del gas en la cámara y la velocidad de alimentación del material sólido en partículas en la cámara de molienda.

La micronización se utiliza en la actualidad principalmente en el sector industrial (en la producción de cemento o pigmentos para pinturas), y en la industria farmacéutica para la producción de productos sólidos para inhalación. En estos usos, el objetivo es producir polvos ultrafinos (por ejemplo, con tamaños de partícula en el intervalo de 1 a 10 μm , o incluso más pequeños). Para poder alcanzar tales pequeños tamaños de partículas, son necesarias presiones de gas muy elevadas (> 7 bares).
35

La presente invención ha demostrado que se obtienen productos adecuados mediante la aplicación de gas nitrógeno.

40 La presente invención se refiere a la producción de polvos micronizados de polioles que son particularmente útiles en la fabricación de productos comestibles, tales como composiciones para alimentos o piensos, o de formulaciones cosméticas o farmacéuticas. Tales aplicaciones requieren que los polioles micronizados tengan una distribución de tamaños de partículas (d_{50}) preferentemente de 20 a 60 μm . Con el fin de alcanzar tales tamaños de partículas, se utilizan presiones de gas moderadas, típicamente de 2 a 6 bares. El poliol de alimentación cuyo tamaño de partículas se reduce de acuerdo con el procedimiento de la invención tiene típicamente una distribución de tamaños de partículas de partida (d_{50}) en el intervalo de 50 a 500 μm .

45 En la presente invención, los autores de la presente invención han obtenido buenos resultados usando un molino de chorro Micronet M100 de Nuova Guseo S. r. l. o bien un molino de chorro de micronizador de Sturtevant Inc. En la puesta en práctica de la presente invención, generalmente se alimenta un poliol seco en partículas en la cámara de molienda del molino de chorro a través de un inyector Venturi, y se transporta mediante un gas nitrógeno seco a presión. Preferentemente, la velocidad de alimentación está en el intervalo de 0,5 a 7 kg/hora (en una cámara de 10
50 cm de diámetro). El poliol en partículas se acelera en un vórtice dentro de la cámara circular del molino de chorro en virtud de la inyección en la cámara de un nitrógeno seco a alta velocidad. El choque repetido de partícula contra partícula, causado bajo la presión del gas en la cámara del molino, tritura las partículas de poliol al tamaño de partícula deseado.

55 El poliol micronizado obtenido tiene unas propiedades excelentes. Por ejemplo, dado que la reducción del tamaño de partícula se logra sin aplicación externa de calor y sin necesidad de utilizar ningún coadyuvante de procesado que

se utiliza por lo común en la micronización de los materiales en partículas, el producto no es objeto de contaminación. Además, usando gases secos inertes en el molino de chorro, el producto micronizado es un producto seco y por tanto no es vulnerable a la formación de grumos durante el almacenamiento.

5 Las ventajas de la micronización sobre los molinos de martillos convencionales incluyen el hallazgo de que los polvos finos micronizados muestran unas propiedades de flujo (capacidad de fluidez) mucho mejores y una mejor estabilidad en el almacenamiento (ausencia de grumos al cabo de 3 meses de almacenamiento - sin adición de ningún agente antiapelmazante). La micronización mejora también las aplicaciones en confitería y/o las aplicaciones farmacéuticas, por ejemplo en las composiciones para goma de mascar o comprimidos.

10 Un poliol micronizado obtenido de acuerdo con el procedimiento de la presente invención, preferentemente manitol micronizado, es útil en la elaboración de una composición para goma de mascar. Una característica de la composición para goma de mascar que comprende manitol micronizado obtenido por el procedimiento de la presente invención es la dureza mejorada de la composición para goma de mascar. Más específicamente, tiene una dureza igual o superior a 3500 g al cabo de las 24 horas de producción, preferentemente mayor que 4000 g.

La presente invención se ilustra con más detalle por medio de los ejemplos siguientes:

15 **Ejemplos**

Ejemplo 1

20 Se alimentó manitol cristalino, con un tamaño medio de partícula de 67 µm, en un micronizador que tiene una cámara de molienda de 10 cm de diámetro, utilizando un flujo de nitrógeno seco. La velocidad de alimentación del manitol cristalino en el Micronizador era de 3,1 kg por hora. Se inyectó nitrógeno seco en la cámara a través de boquillas, para mantener una presión de gas (P₂) en la cámara de 2 bares (2 x 10⁵ Pa). Se obtuvo un manitol micronizado seco, desapelmazado, que tiene consistentemente un tamaño medio de partícula de 33 µm.

Ejemplo 2

Se repitió el procedimiento descrito en el Ejemplo 1, excepto que el manitol cristalino alimentado al Micronizador tenía un tamaño medio de partícula de 82 µm.

25 El efecto de la velocidad de alimentación del manitol cristalino, a dos tamaños de partículas diferentes, se muestra en la Tabla 1 que sigue.

Tabla 1

Manitol cristalino

Gran. de entrada (µm)	Gran. de salida (µm)	N ₂ Alim. (P ₁) (bar)	N ₂ microniz. (P ₂) (bar)	Veloc. tornillo (rpm)	Velocidad (kg/h)
67	33	2	2	30	3,1
67	24	2	2	20	1,7
82	46	2	2	30	3,2
80	26	2	2	20	0,6

30 Las partículas micronizadas de manitol obtenidas de acuerdo con los Ejemplos 1 y 2 anteriores se almacenaron en seco durante tres meses, al cabo de los cuales no se observó formación de grumos en el producto. Las partículas micronizadas de manitol obtenidas eran adecuadas para ser usadas en la elaboración de goma de mascar, tanto en la preparación de la base de goma como en la preparación del recubrimiento de la goma de mascar.

Ejemplo 3

35 Usando un procedimiento similar al descrito en el Ejemplo 1 anterior, se micronizaron con éxito otros polioles, como se muestra en la Tabla 2 que sigue.

Tabla 2

Otros polioles

Producto	Gran. de entrada (µm)	Gran. de salida (µm)	N ₂ Alim. (P ₁) (bar)	N ₂ microniz. (P ₂) (bar)	Veloc. tornillo (rpm)	Velocidad (kg/h)
Maltitol cristalino (C Maltidex CH 16385)	180	38	5	5	20	4,1
Maltitol HP polvo	200	33	5	5	27	2,8
Eritritol cristalino (C Eridex 16954)	400	61	4	4	30	6,0
Sorbitol polvo (C Sorbidex S16603)	220	40	5,8	5,8	10	1,4

El eritritol micronizado preparado según el ejemplo 3 se analizó en más profundidad en cuanto a su capacidad de fluidez y su índice de compresibilidad (%), de acuerdo con los procedimientos de ensayo que se describen.

- 5 El índice de compresibilidad (%) es una medida de varias propiedades de un polvo: densidad global, tamaño y forma de las partículas, área superficial, contenido de humedad y cohesión. Todas estas propiedades pueden influir en el índice de compresibilidad observado.

El índice de compresibilidad (%) de las muestras de poliol micronizado de acuerdo con la presente invención se determinó de acuerdo con el procedimiento que sigue.

- 10 100 g de una muestra de poliol en polvo se pusieron en una probeta de 250 ml. Se tomó nota del volumen aparente (V_o) del polvo no asentado en la probeta. La probeta que contiene la muestra de polvo fue entonces golpeada mecánicamente haciendo que el polvo se asentase en la probeta. Se siguió con el golpeteo hasta que ya no se observó ningún cambio de volumen debido a la sedimentación. Se tomó nota del volumen final (V_f) del polvo sedimentado en la probeta, después concluir el golpeteo.

- 15 Usando los valores de V_o y V_f observados, se calcula el índice de compresibilidad (%) de acuerdo con la ecuación siguiente:

$$\text{índice de compresibilidad (\%)} = 100 \cdot [(V_o - V_f)/V_o]$$

Se utiliza un promedio de tres determinaciones.

- 20 La capacidad de fluidez de un polvo se mide como la velocidad de flujo del material a través de un orificio. Se puede usar sólo para los materiales que tienen cierta capacidad para fluir y por tanto no es útil para materiales cohesivos.

La capacidad de fluidez (s/100g) de las muestras de poliol micronizado de acuerdo con la presente invención se determinó de acuerdo con el siguiente procedimiento.

Aparato.

- 25 El aparato utilizado era un aparato Pharma Test PTG-I de Pharma Test Apparatebau, Hainburg. El aparato estaba formado por un embudo de flujo que tiene, en el fondo del mismo, una boquilla (orificio) e interiormente está provisto de un agitador. El embudo de flujo se suspende verticalmente por encima de un recipiente provisto sobre una balanza. El aparato proporciona la elección de orificios de diferentes diámetros, por ejemplo de 10 mm, 15 mm y 25 mm. El agitador se puede utilizar para ayudar a que el polvo pase a través de la boquilla y puede usarse a velocidades de 5 a 25 rpm. Se abre la boquilla y se toma nota del tiempo necesario para que 100 g de muestra fluyan a través de la boquilla al recipiente.

Para cada muestra se utilizó un promedio de tres medidas.

Los resultados obtenidos para la capacidad de fluidez y el índice de compresibilidad (%) se muestran en la tabla siguiente.

Muestra	Capacidad de fluidez (s/100 g)	Indice de compresibilidad (%)
Eritritol molido fino	6,5	38,8
Eritritol micronizado de acuerdo con la invención	4,8	41,1

Ejemplo 4 - Preparación de goma de mascar

Se aplicó la siguiente receta para la preparación de goma de mascar.

Ingredientes	% (base comercial)	Peso seco (g)
Base para goma de mascar	36,30	23,60
Sorbitol (Cargill - C Sorbidex S16603)	33,70	21,91
<i>Manitol micronizado de acuerdo con la invención</i>	20	13,00
Maltitol (Cargill - C Maltidex S16603)	8,50	5,53
Sabor a menta	1,50	0,98
Total	100,00	65,00

5

La distribución del tamaño de partículas y la capacidad de fluidez del manitol micronizado en comparación con el manitol estándar y el manitol estándar molido fino se muestra en la tabla siguiente.

	Manitol micronizado de acuerdo con la invención	Manitol estándar (16705)	Manitol estándar molido fino
Tamaño de partícula (d ₅₀)	43,71 µm	77,21 µm	34,17 µm
Capacidad de fluidez	4,6 s/100 g	4,3 s/100 g	7,4 s/100 g
Boquilla de 25 mm φ con agitación	(muestra medida un año después de su preparación)		

10 Se midió de nuevo la capacidad de fluidez del manitol micronizado, después de almacenamiento en una cabina a 40% de humedad relativa durante un año. No se observó deterioro de la capacidad de fluidez del material después del almacenamiento.

La composición para goma de mascar se conformó en láminas y se almacenaron a temperatura ambiente y en una cabina a 40% de humedad relativa.

15 La calidad de las láminas de goma de mascar se determinó con más detalle midiendo la dureza de las láminas de goma de mascar. Para realizar la comparación, las láminas confeccionadas usando una composición en la que se usó manitol estándar molido fino en lugar del manitol micronizado de la invención, fueron también sometidas al procedimiento de ensayo.

Medida de la dureza

Equipo: Texture Analyser Profile TA_XTPlus.

20 **Ajustes de TA-XTPlus:**

Modo: Mide la fuerza en compresión.

Opción: Vuelta a inicio

Velocidad de Pre-Test: 0,8 mm/s

Velocidad de Test: 0,8 mm/s

5 Velocidad de Post-Test: 3,0 mm/s

Distancia: 2 mm

Tipo de fuerza de disparo: 30,0 g

Velocidad de adquisición de datos: 250 pps

Accesorios: sonda cilindro 2 mm (P/2) utilizando célula de carga de 25 kg

10 Plataforma de trabajo pesado (HDP/90) con placa blanco

Ajuste de prueba: Se pone la plataforma de trabajo pesado en la base de la máquina. Se coloca la muestra de lámina de goma de mascar en la plataforma, centrada sobre la sonda, y se comienza la prueba.

15 Observaciones: La sonda se aproxima a la muestra y, una vez que se ha alcanzado la fuerza de disparo de 30,0 g, se observa un rápido ascenso de la fuerza, a medida que la sonda penetra en la lámina de goma de mascar. La sonda vuelve a su posición original de partida cuando se alcanza una distancia de penetración de 2 mm desde el punto de disparo. La fuerza de penetración media se mide como una indicación de la dureza.

Las pruebas se llevaron a cabo, a temperatura ambiente, en muestras de láminas de goma de mascar almacenadas a temperatura ambiente (22°C) en una sala con aire acondicionado, durante 24 horas, una semana y un mes después de su preparación. Los resultados se muestran a continuación.

Almacenamiento a temperatura ambiente / Dureza expresada en (g)	24 h después de la preparación	Una semana después de la preparación	Un mes después de la preparación
Manitol estándar molido fino	3326	5254	5641
Manitol micronizado de acuerdo con la invención	4287	5976	6558

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para micronizar un poliol sólido, comprendiendo dicho procedimiento las etapas siguientes:

a) tomar un poliol sólido,

5 b) alimentar el poliol en un molino de chorro y aplicar presión con gas nitrógeno, en donde la presión aplicada en el molino de chorro está en el intervalo de 2 a 6 bares, y

c) recoger el poliol micronizado,

y en donde el poliol sólido se elige entre eritritol, treitol, arabinitol, xilitol, ribitol, alitol, altritol, gulitol, galactitol, manitol, sorbitol, talitol, maltitol, isomaltitol, isomalt, lactitol y mezclas de dos o más de ellos.

10 2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que el poliol sólido se elige entre maltitol, isomalt, manitol, sorbitol, xilitol, eritritol y mezclas de dos o más de ellos.

3. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que el poliol micronizado tiene un tamaño medio de partículas en el intervalo de 20 a 60 μm y una capacidad de fluidez inferior o igual a 5 s/100 g, preferentemente inferior a 5 s/100 g.

15 4. Un procedimiento según la reivindicación 2, en el que el poliol micronizado tiene un tamaño medio de partículas en el intervalo de 20 a 60 μm y una capacidad de fluidez inferior o igual a 5 s/100 g, preferentemente inferior a 5 s/100 g.