

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 526 755**

51 Int. Cl.:

A61K 9/14 (2006.01)

A23L 1/236 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.04.2009 E 09742254 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.09.2014 EP 2273979**

54 Título: **Composición pulverulenta de maltitol cristalizado de gran fluidez y no apelmazante**

30 Prioridad:

08.04.2008 FR 0852352

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
15.01.2015

73 Titular/es:

**ROQUETTE FRERES (100.0%)
62136 Lestrem, FR**

72 Inventor/es:

**LEFEVRE, PHILIPPE;
LIS, JOSÉ y
RIBADEAU-DUMAS, GUILLAUME**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 526 755 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

Composición pulverulenta de maltitol cristalizado de gran fluidez y no apelmazante

5 La presente invención se refiere a una composición pulverulenta de maltitol cristalizado cuya fluidez está preservada. Este polvo de maltitol cristalizado presenta así la particularidad de no estar sujeto al apelmazamiento. La composición según la invención presenta ventajosamente una fina granulometría.

En el sentido de la invención, se entiende por "composición pulverulenta de maltitol cristalizado" un polvo que contiene maltitol cristalizado.

En el sentido de la invención, se entiende también por "maltitol cristalizado" el producto de la cristalización clásica de una solución acuosa de maltitol o cualquier otro maltitol en forma cristalina.

10 El 4-O-alfa-D-glucopiranosil-D-glucitol, denominado comúnmente maltitol, es un poliol obtenido industrialmente por hidrogenación de la maltosa.

Presenta un gran interés debido al hecho de que es más estable químicamente, menos calórico y que presenta un índice glicémico más bajo que la sacarosa, poseyendo al mismo tiempo ventajosamente unas propiedades organolépticas muy próximas a las del azúcar.

15 Además, el maltitol posee la particularidad de no ser cariógeno, lo que le abre y ya le ha abierto múltiples aplicaciones en la industria, en particular en las industrias farmacéuticas y alimentarias, en particular en los campos de los chicles, de los edulcorantes de mesa y del chocolate.

Durante mucho tiempo, el maltitol sólo ha sido comercializado en forma de jarabes de poca riqueza, o en forma de polvos amorfos e impuros.

20 Es sólo al principio de los años 80 cuando la compañía HAYASHIBARA describió por primera vez en su patente US 4.408.041 la producción de cristales de maltitol anhidro.

Antes, este poliol había sido siempre considerado como un producto no cristizable.

25 Este postulado erróneo encuentra en realidad su origen en el hecho de que la cristalización del maltitol a partir de una solución saturada no es tan fácil de controlar como en el caso de otros polioles como el manitol o el eritritol, por ejemplo.

Las técnicas denominadas de "amasado", por un lado, y de cristalización en agua, por otro, son hoy día casi los únicos procedimientos empleados industrialmente.

Los productos así obtenidos tienen sin embargo una cristalinidad muy variable, y no son todos especialmente muy convenientes para ciertas aplicaciones, como las de los chicles o del chocolate.

30 Estos productos cristalizados no son tampoco totalmente satisfactorios cuando se desea utilizar por ejemplo el maltitol para sustituir la sacarosa o la lactosa en las formas secas farmacéuticas tales, como las cápsulas de gel, los medicamentos de tipo polvos para disolver, los comprimidos y las preparaciones nutritivas pulverulentas para diluir.

35 Este es también el caso cuando se desea realizar el mismo tipo de sustitución en los alimentos azucarados tales como las bebidas en polvo, los dulces, las preparaciones para tartas o los polvos chocolateados o de vainilla para el desayuno.

Se observa para estas aplicaciones particulares, en particular para los polvos pseudo-cristalinos de maltitol obtenidos mediante la técnica de "amasado" y a un grado menor para los polvos cristalinos de maltitol obtenidos por cristalización en agua, que estos presentan uno o varios defectos, como en particular los de:

- fluir difícilmente,
- 40 - estar sujetos a una aglomeración o apelmazamiento,
- disolverse sólo muy lentamente en agua.

Los especialistas del campo de la cristalización de los polioles se han unido por lo tanto para desarrollar unas composiciones de maltitol que no tengan en particular los defectos de fluidez y de apelmazamiento que presentan los polvos de maltitol conocidos.

45 De manera general, los polioles propuestos en forma de productos pulverulentos se almacenan y se distribuyen en envases dobles asociando una bolsa interna hecha de material plástico con una bolsa de papel Kraft o con una caja de cartón ondulado, o también en contenedores flexibles denominados "big bags". El embalaje del maltitol cristalino en polvo actualmente comercializado utiliza uno u otro de estos modos de envasado.

A pesar de estas precauciones, los polvos comerciales de maltitol tienden a aglomerarse en grandes montones, y son por lo tanto sensibles al apelmazamiento. Esta tendencia al apelmazamiento será aún más importante cuanto más fina sea la granulometría del polvo de maltitol.

5 Los polvos de maltitol cristalino así apelmazados durante el almacenamiento generan un buen número de problemas, no sólo por las serias dificultades de manipulación que se desprenden de ello (transferencia y desembalaje, triturado y redisolución, etc.), sino también impactando fuertemente el rendimiento de estas operaciones.

Se han propuesto un cierto número de soluciones para remediar estas dificultades:

- añadir al polvo de maltitol unos agentes anti-apelmazantes, tales como el estearato de magnesio o el talco,

10 - bien deslizar entre el material de embalaje externo y la bolsa interna, o en el interior de esta última, pequeñas bolsitas que contienen un desecante de tipo gel de sílice, o bien optar por un material de envase externo de doble revestimiento, entre los revestimientos interior y exterior de los cuales se habrá insertado previamente una sustancia higroscópica.

15 Sin embargo, el primer procedimiento no es aceptado por los especialistas en el campo de la manipulación de los polvos de maltitol, ya que se considera que:

- la introducción de impurezas en el polvo de maltitol puede perjudicar a su valor comercial,

- las cantidades organolépticas tienen el riesgo de ser alteradas, y

- las restricciones reglamentarias prohíben la utilización de tales aditivos en ciertas aplicaciones.

20 En cuanto a la posible aplicación del procedimiento de envasado con un desecante, no se puede descartar el riesgo de una posible contaminación del producto envasado por el desecante.

Para remediar esta situación, en su solicitud de patente EP 1.787.993, la compañía TOWA propone tratar el maltitol cristalizado después de las técnicas de fabricación clásicamente conocidas del estado de la técnica.

La compañía TOWA recomienda así utilizar diversos medios, teniendo en cuenta:

- el equilibrio entre la humedad que reina en el interior de las partículas y la presente en su superficie,

25 - el equilibrio entre la humedad de las partículas de polvo (tanto en el interior como en superficie) y la humedad ambiente, pero también

- la estabilización del estado de superficie del polvo.

30 En la solicitud de patente EP 1.787.993, el procedimiento consiste en un tratamiento por contacto que consiste en introducir en un secador el polvo de maltitol cristalizado y aire llevado a una temperatura de 20°C a 50°C y que presenta una humedad relativa del 5 al 50%, durante de cinco a cincuenta horas, a una velocidad espacial de 2 a 15 h⁻¹.

Sin embargo, se observa que este procedimiento se aplica a los polvos de maltitol caracterizados por su riqueza muy elevada en maltitol (es decir de más del 99,5%, tal como LESYS que presenta un contenido en maltitol del 99,7% en peso).

35 Por otra parte, si los polvos de maltitol descritos en esta solicitud de patente fuesen dados a presentar una granulometría inferior a 500 µm (calificada de proporción de polvo que pasa en el tamiz JIS a 0,50 mm de abertura), los polvos de maltitol cristalino estándar ensayados de tipo LESYS, comercializados por la compañía TOWA, o de tipo MALTISORB® comercializados por otra parte por la compañía solicitante, presentan realmente un diámetro medio superior a 200 µm, y pueden así ser calificados de polvo de maltitol cristalizado de granulometría gruesa.

40 Ahora bien, se conoce por el experto en la materia que el comportamiento de los polvos de polioles en general, y del maltitol en particular, en particular a nivel de su aptitud para el flujo, cambia dramáticamente en función de su granulometría: presentando un polvo un diámetro medio de 400 a 500 µm no tendrá el mismo comportamiento que un polvo de maltitol que presente un diámetro medio de 50 a 200 µm.

45 Resulta de ello que la solución recomendada por la compañía TOWA sólo se aplica de hecho a polvos de maltitol cristalizado de alta pureza y que presentan una granulometría gruesa.

El documento WP 1.738.657 describe también unas composiciones pulverulentas que comprenden estearato de magnesio o éster de ácido graso de sacarosa.

De todo lo anterior, resulta que queda una necesidad no satisfecha de disponer de una composición de maltitol cristalizado de granulometría fina, por ejemplo comprendida entre 10 y 150 μm ; y que presente una riqueza en maltitol variable, por ejemplo del 80 al 99,9% en peso, cuya fluidez está protegida y que presente así la particularidad de no estar sujeta al apelmazamiento.

- 5 Es del mérito de la compañía solicitante proponer una solución técnica que va en contra del prejuicio técnico según el cual se desaconseja encarecidamente utilizar un agente antiapelmazante en la preparación de la composición pulverulenta de maltitol cristalizado.

10 La compañía solicitante recomienda utilizar un agente antiapelmazante. Este agente antiapelmazante debe ser, sin embargo, seleccionado de una clase particular de agentes antiapelmazantes, más particularmente caracterizados por:

- su insolubilidad en agua,
- su aptitud para absorber el agua, y
- preferentemente, su granulometría fina.

15 La invención se refiere por lo tanto, en primer lugar, a una composición pulverulenta de maltitol cristalizado, caracterizada por que:

- presenta un diámetro medio volúmico láser comprendido entre 10 y 150 μm ;
- presenta una riqueza en maltitol comprendida entre el 80 y el 99,9% en peso;
- al menos el 50% en peso de sus partículas fluyen a través de un tamiz con umbral de corte de 2000 μm según un ensayo A1; y

20 - al menos el 35% en peso de sus partículas fluyen a través de un tamiz con umbral de corte de 2000 μm según un ensayo A2.

Los valores de distribución granulométrica se determinan en un granulómetro de difracción LASER tipo LS 13-320 de la compañía BECKMAN-COULTER, equipado con su módulo de dispersión polvo (vía seca), siguiendo el manual técnico y las especificaciones del constructor.

25 Las condiciones de realización de velocidad de tornillo bajo tolva y de intensidad de vibración del canal de dispersión se determinaron de manera que la concentración óptica esté comprendida entre el 4% y el 12%, idealmente el 8%.

La rango de medición del granulómetro de difracción LASER tipo LS 13-320 es de 0,04 μm a 2000 μm . Los resultados son calculados en % volúmico, y expresados en μm .

30 La curva de distribución granulométrica permite también determinar el valor del diámetro medio volúmico (media aritmética) D4,3 (diámetro medio volúmico láser).

La composición pulverulenta de maltitol cristalizado conforme a la invención presenta así un diámetro medio volúmico láser D4,3 comprendido entre 10 y 150 μm , preferentemente entre 20 a 120 μm .

Según un modo de realización, la composición pulverulenta de maltitol cristalizado según la invención presenta un diámetro medio volúmico láser comprendido entre 50 y 90 μm ; preferentemente entre 60 y 80 μm .

35 Según otro modo de realización, la composición pulverulenta de maltitol cristalizado según la invención presenta un diámetro medio volúmico láser comprendido entre 15 y 50 μm ; preferentemente entre 20 y 40 μm .

La composición pulverulenta de maltitol cristalizado según la invención presenta una riqueza en maltitol comprendida entre el 80 y el 99,9% en peso; preferentemente comprendida entre el 85 y el 99,9% en peso; preferentemente comprendida entre el 90 y el 99,9% en peso; preferentemente comprendida entre el 95 y el 99,9% en peso.

40 El carácter antiapelmazante de la composición pulverulenta de maltitol cristalizado conforme a la invención se determina según un ensayo A de envejecimiento acelerado.

Este ensayo utiliza unas bolsitas de polietileno de baja densidad de dimensiones interiores de 10 cm x 5 cm, que son obtenidas por termosellado en tres lados de películas de polietileno de baja densidad de 100 μm de grosor.

En estas bolsitas, se introducen 100 g del polvo a ensayar, después estas bolsitas se termosellan herméticamente.

45 En una primera variante, denominada "sin presión" (ensayo A1), las bolsitas son depositadas en forma plana, separadamente, en un recinto climático.

En una segunda variante, denominada "con presión" (ensayo A2), se coloca sobre las bolsas un peso de 2 kg, lo que corresponde a una presión de 400 kg/m².

Las bolsitas experimentaron durante 7 días una sucesión de ciclos de:

- 3,5 horas a 23°C bajo un 83% de humedad relativa (o HR),

5 - 0,5h de transición,

- 3,5 horas a 40°C bajo un 92% de HR,

- 0,5h de transición.

Al final de estos 7 días, las bolsitas se abren y se vierten en un tamiz de malla de 2000 µm puesto en vibración durante 10 segundos sobre su soporte de marca FRITSCHTM Pulverisette tipo 00.502.

10 La amplitud de la vibración se ajusta a 5 y es permanente.

El resultado se expresa en porcentaje en peso de partículas que atraviesan el tamiz de 2000 µm.

15 Según el ensayo A1 "sin presión", al menos el 50% en peso de las partículas de la composición según la invención atraviesan el tamiz de 2000 µm. Según un modo de realización preferido, según el ensayo A1, al menos el 60%, preferentemente al menos el 65%, preferentemente al menos el 70%, preferentemente al menos el 75%, preferentemente al menos el 80%, preferentemente al menos el 85%, preferentemente al menos el 90%, preferentemente al menos el 95% de las partículas de la composición pulverulenta de maltitol cristalizado según la invención atraviesan el tamiz de 2000 µm.

20 Según el ensayo A2 "con presión", al menos el 35% en peso de las partículas de la composición según la invención atraviesan el tamiz de 2000 µm. Según un modo de realización preferido, según el ensayo A2, al menos el 40%, preferentemente al menos el 50%, preferentemente al menos el 60%, preferentemente al menos el 70%, preferentemente al menos el 80%, preferentemente al menos el 90%, preferentemente al menos el 95% en peso de las partículas de la composición pulverulenta de maltitol cristalizado según la invención atraviesan el tamiz de 2000 µm.

25 A título comparativo, como se ejemplificará a continuación, un polvo de maltitol tal como el comercializado por la compañía solicitante bajo el nombre de marca MALTISORB[®] P90 presenta los resultados siguientes:

- según el ensayo A1, sólo el 5,2% de las partículas de maltitol cristalizado atraviesan el tamiz de 2000 µm, y

- según el ensayo A2, sólo el 7,4% de las partículas de maltitol cristalizado atraviesan el tamiz de 2000 µm.

La composición pulverulenta de maltitol cristalizado conforme a la invención se caracteriza asimismo por su contenido en agente antiapelmazante.

30 Estos agentes antiapelmazantes se seleccionan entre los antiapelmazantes caracterizados por:

- su insolubilidad en agua,

- su aptitud para absorber agua, y

- preferentemente, su granulometría fina.

35 Más particularmente, la composición pulverulenta de maltitol cristalizado conforme a la invención se caracteriza por que comprende del 0,3 al 20% en peso de al menos un agente antiapelmazante insoluble en agua, seleccionado del grupo constituido por la sílice pirogenada, el silicato aluminosódico y el fosfato tricálcico anhidro, o del 0,5 al 20% de un agente antiapelmazante seleccionado entre la fécula de patata deshidratada con menos del 12% de agua residual, preferentemente con menos del 10% de agua residual, preferentemente con menos del 8% de agua residual, preferentemente con el 6% de agua residual; presentando dicho antiapelmazante insoluble en agua:

40 - una higroscopicidad determinada con el 80% de humedad relativa según un ensayo B comprendida entre el 2,5 y el 25%, y

- preferentemente un diámetro medio volumétrico láser inferior a 100 µm.

El carácter insoluble en agua del agente antiapelmazante se determina por su estructura química. El experto en la materia está familiarizado con el carácter soluble o insoluble de un compuesto en agua.

45 La aptitud de los agentes antiapelmazantes para absorber agua se determina según un ensayo B de medición de la diferencia de peso expresado en %, entre el 80% de humedad relativa y el 20% de humedad relativa a 20°C.

ES 2 526 755 T3

Este ensayo consiste en evaluar la variación relativa de peso del agente antiapelmazante cuando se somete a un ciclo de humedad relativa (denominada HR) a 20°C en un equipo fabricado por la compañía Surface Measurement Systems™ (Londres UK) y denominado Dynamic Vapour Sorption Serie 1.

5 Este equipo comprende una microbalanza diferencial que permite cuantificar la evolución ponderal de una muestra con respecto a una referencia (aquí el bandeja de referencia de la balanza diferencial está vacía) cuando ésta se somete a diferentes condiciones climáticas.

El gas vector es el nitrógeno, y el peso de la muestra es inferior a 10 mg.

10 A la temperatura constante de 20°C, cada agente antiapelmazante experimenta el ciclo de humedad relativa siguiente: 5 horas al 20%, subida del 20% al 70% en 30 minutos, mantenimiento de 5 horas al 70%, subida del 70% al 80% en 30 minutos, y mantenimiento de 5 horas al 80%.

La higroscopicidad al 80% de RH se da entonces mediante la relación: $(m_{80}-m_{20})/m_{20} \times 100$ expresada en %, en la que m_{20} es la masa de la muestra al final de las 5 horas al 20% de RH, y m_{80} la masa de la muestra al final de las 5 horas al 80% de RH.

15 Los agentes antiapelmazantes que se utilizan en la composición pulverulenta de maltitol cristalizado conforme a la invención presentan una higroscopicidad determinada del 80% de humedad relativa según un ensayo B comprendido entre el 2,5 y el 25%.

A título comparativo, otros agentes antiapelmazantes clásicamente seleccionados, tal como el estearato de magnesio, o el talco, presentan una aptitud muy baja para absorber agua, sus valores de higroscopicidad al 80% medida según el ensayo B están en efecto comprendidos entre el 0,05 y el 1,0%.

20 Los agentes antiapelmazantes de la composición pulverulenta de maltitol cristalizado conforme a la invención están también caracterizados por su granulometría, medida en un granulómetro de difracción LASER de tipo LS 13-320 de la compañía BECKMAN-COULTER, equipado con su módulo de dispersión de polvo (vía seca), siguiendo el manual técnico y las especificaciones del constructor, tal como se ha indicado anteriormente.

25 Según la invención, los agentes antiapelmazantes presentan un diámetro medio volúmico láser inferior a 100 μm . Preferiblemente, según la invención, el agente antiapelmazante presenta un diámetro medio volúmico láser inferior a 80 μm , más preferiblemente inferior a 50 μm , más preferiblemente inferior a 40 μm , más preferiblemente inferior a 30 μm , más preferiblemente inferior a 10 μm .

30 Según un modo de realización, la composición pulverulenta de maltitol cristalizado según la invención comprende del 0,3 al 15%, preferentemente del 0,3 al 10%, preferentemente del 0,3 al 5% en peso de un agente antiapelmazante, seleccionado del grupo constituido por la sílice pirogenada, el silicato aluminosódico, y el fosfato tricálcico anhidro; del 0,5 al 15%, preferentemente del 0,5 al 10% preferentemente del 0,5 al 5% en peso de un agente antiapelmazante seleccionado entre la fécula de patata deshidratada con menos del 12% de agua residual, preferentemente con menos del 10% de agua residual, preferentemente con menos del 8% de agua residual, preferentemente con el 6% de agua residual.

35 Según un primer modo de realización de este modo preferido, la composición pulverulenta de maltitol cristalizado conforme a la invención comprende del 0,3 al 3% en peso, preferentemente del orden del 0,5 al 2% en peso de sílice pirogenada o de silicato aluminosódico.

40 Según un segundo modo de realización de este modo preferido, la composición pulverulenta de maltitol cristalizado conforme a la invención comprende del 0,3 al 3% en peso, preferentemente del orden del 2% en peso de fosfato tricálcico anhidro.

Según un tercer modo de realización de este modo preferido, la composición pulverulenta de maltitol cristalizado conforme a la invención comprende del 0,5 al 20% en peso, preferentemente del orden del 5% en peso de fécula deshidratada con menos del 12% de agua residual, preferentemente con menos del 10% de agua residual, preferentemente con menos del 8% de agua residual, preferentemente con el 6% de agua residual.

45 Como se ejemplificará a continuación, estos agentes antiapelmazantes respetan las propiedades pre-requeridas relativas a:

- su insolubilidad en agua,
- su aptitud para absorber agua, y
- preferentemente, su granulometría fina.

50 La presente invención se refiere también a la utilización de al menos tal agente antiapelmazante insoluble en agua, que presenta:

- una higroscopicidad determinada según el ensayo B comprendida entre el 2,5 y el 25%, y
 - preferentemente, un diámetro medio volúmico láser inferior a 100 μm ,
- para la preparación de una composición pulverulenta de maltitol cristalizado.

5 Según un modo de realización, la presente invención se refiere también a la utilización de al menos un agente antiapelmazante seleccionado entre:

- la sílice pirogenada,
- el silicato aluminosódico,
- el fosfato tricálcico anhidro, y
- la fécula de patata deshidratada (en particular la fécula de patata deshidratada con menos del 12% de agua residual, preferentemente con menos del 10% de agua residual, preferentemente con menos del 8% de agua residual, preferentemente con el 6% de agua residual),

10 para la preparación de una composición pulverulenta de maltitol cristalizado.

Según un modo de realización, la composición pulverulenta de maltitol cristalizado según la invención es susceptible de ser obtenida mediante mezcla:

- 15
- de maltitol cristalizado que presenta un diámetro medio volúmico láser comprendido entre 10 y 150 μm ; y
 - al menos un agente antiapelmazante insoluble en agua, presentando dicho agente antiapelmazante una higroscopicidad determinada según el ensayo B comprendida entre el 2,5 y el 25%, y que presenta un diámetro medio volúmico láser inferior a 100 μm .

20 Según un modo de realización, en la composición pulverulenta de maltitol cristalizado conforme a la invención, el diámetro medio volúmico láser del agente antiapelmazante es inferior al diámetro medio volúmico láser del maltitol cristalizado.

Según un modo de realización preferido, la composición pulverulenta de maltitol cristalizado según la invención es susceptible de ser obtenida mediante la mezcla:

- 25
- de maltitol cristalizado que presenta un diámetro volúmico láser comprendido entre 50 y 90 μm ; preferentemente entre 60 y 80 μm ; por ejemplo MALTISORBTM P90 comercializado por la compañía solicitante; y
 - de al menos un agente antiapelmazante como se ha indicado anteriormente.

Según otro modo de realización preferida, la composición pulverulenta de maltitol cristalizado según la invención es susceptible de ser obtenida mediante la mezcla:

- 30
- de maltitol cristalizado que presenta un diámetro volúmico láser comprendido entre 15 y 50 μm ; preferentemente entre 20 y 40 μm ; por ejemplo MALTISORBTM P35 comercializado por la compañía solicitante; y
 - de al menos un agente antiapelmazante como se ha indicado anteriormente.

La composición pulverulenta de maltitol cristalizado conforme a la invención es susceptible de ser obtenida aplicando cualquier método conocido por otro lado por el experto en la materia, que comprende una etapa de mezcla física de dos polvos.

35 La invención se refiere también a la utilización de una composición pulverulenta de manitol cristalizado tal como se ha descrito anteriormente para relleno de contenedores flexibles, por ejemplo unos "big bags".

Por otra parte, la composición pulverulenta según la invención es útil en los campos alimenticios y/o farmacéuticos.

40 Así, la presente invención se refiere también a la utilización de una composición pulverulenta de manitol cristalizado tal como se ha descrito antes, para la preparación de composiciones alimenticias, en particular en confitería tales como las gomas de mascar (chicles), los chocolates, los edulcorantes de mesa, las galletas, los helados, las bebidas en polvo, los dulces, las preparaciones para tartas o los polvos chocolateados o de vainilla para el desayuno; y/o para la preparación de composiciones farmacéuticas, en particular de formas secas farmacéuticas tales como unas cápsulas de gel, unos medicamentos de tipo polvos para disolver, los comprimidos y las preparaciones nutritivas pulverulentas para diluir.

45 La invención se entenderá mejor con la ayuda de los ejemplos siguientes, los cuales no son limitativos y sólo muestran ciertos modos de realización y ciertas propiedades ventajosas del polvo de maltitol cristalizado según la invención.

Ejemplos

Ejemplo 1

5 Se preparan cuatro composiciones pulverulentas de maltitol cristalizado por mezcla física de un polvo de maltitol cristalizado comercializado por la compañía solicitante bajo el nombre de marca de MALTISORB® P90, que presenta un diámetro medio volúmico D4,3 de 69,5 µm con 4 agentes antiapelmazantes:

- la sílice pirogenada AEROSIL™ 200, comercializada por la compañía EVONIK - DEGUSSA GmbH.
- el silicato aluminosódico DURAFILL™ 200, comercializado por la compañía W.R. GRACE & CO,
- el fosfato tricálcico anhidro o TCP, comercializado por la compañía PRAYON S.A.,
- la fécula de patata deshidratada con el 6% de agua residual, comercializada por la compañía solicitante bajo ese mismo nombre.

10 Estos 4 agentes antiapelmazantes presentan las características de adsorción de agua y de granulometría mostradas en la tabla 1 siguiente:

Tabla 1

	Higroscopicidad al 80% de RH según el ensayo B (%)	Diámetro medio volúmico láser D4,3 (µm)
Sílice pirogenada AEROSIL 200	3,09	0,012
Silicato aluminosódico DUPAFILL 200	5,48	4,91
TCP	3,47	7,16
Fécula de patata deshidratada	15,06	35,96

15 Los contenidos en polvo de maltitol y en agente antiapelmazante de estas 4 composiciones pulverulentas de maltitol cristalizado conformes a la invención se presentan en la tabla 2 siguiente:

Tabla 2

	Composición « A »	Composición « B »	Composición « C »	Composición « D »
MALTISORB® P90 (% en peso)	98	98	98	95
Sílice pirogenada AEROSIL™ 200 (% en peso)	2			
Silicato aluminosódico DURAFILL™ 200 (% en peso)		2		
TCP (% en peso)			2	
Fécula de patata deshidratada (% en peso)				5

Las composiciones "A", "B", "C" y "D" según la invención presentan un diámetro medio volúmico láser comprendido entre 10 y 150 µm.

20 El carácter antiapelmazante de estas 4 composiciones pulverulentas de maltitol cristalizado se determina con la ayuda del ensayo A de envejecimiento acelerado.

Los valores obtenidos se presentan en la tabla 3 siguiente:

Tabla 3

	Composición « A »	Composición « B »	Composición « C »	Composición « D »
Ensayo A1, Ensayo de envejecimiento acelerado sin presión (%)	83,9	68,7	82,3	97,6
Ensayo A2, Ensayo de envejecimiento acelerado con presión (%)	72,3	48,9	35,4	98,6

Estos resultados se comparan con las mediciones efectuadas con unos agentes antiapelmazantes de tipo estearato de magnesio (MG stearate Ph./Veg de Wiga Pharma GmbH) y talco (Talc extra sup DEC de Talc Luzenac) cuyos parámetros de adsorción de agua y de granulometría se dan en la tabla 4 siguiente.

Tabla 4

	Higroscopicidad al 80% de RH según el ensayo B (%)	Diámetro medio volúmico láser D4,3 (µm)
Estearato de magnesio	0,86	11,1
Talco	0,08	19,9

- 5 Las mediciones efectuadas según el ensayo A de envejecimiento acelerado de las dos composiciones controles "E" (99% de MALTISORB® P90 y 1% de estearato de magnesio) y "F" (98% de MALTISORB® P90 y 2 % de talco) se presentan en la tabla 5 siguiente.

Tabla 5

	Composición « E »	Composición « F »
Ensayo A1, ensayo de envejecimiento acelerado sin presión (%)	8,5%	3,5%
Ensayo A2, ensayo de envejecimiento acelerado con presión (%)	6,9%	8,2%

- 10 Las composiciones pulverulentas de maltitol cristalizado conformes a la invención presentan por lo tanto unas propiedades destacables de fluidez.

Ejemplo 2

- 15 Se prepara una composición pulverulenta de maltitol cristalizado por mezcla física de un polvo de maltitol cristalizado comercializado por la compañía solicitante bajo el nombre de marca MALTISORB® P90, que presenta un diámetro medio volúmico D4,3 de 77,8 µm, con un agente antiapelmazante, la fécula de patata deshidratada que presenta un contenido en agua del 6,0%. Finalmente, esta mezcla pulverulenta comprende el 95% de polvo de maltitol y el 5% de fécula deshidratada. La composición presenta un diámetro medio volúmico láser comprendido entre 10 y 150 µm.

A partir del mismo lote de MALTISORB® P90, se prepara una mezcla física con estearato de magnesio, a fin de obtener una mezcla pulverulenta que comprenda el 98% de polvo de maltitol y el 2% de estearato de magnesio. La composición presenta un diámetro medio volúmico láser comprendido entre 10 y 150 µm.

- 20 Con cada una de estas dos mezclas físicas y el lote de MALTISORB® P90 inicial, se rellenan tres contenedores flexibles de tipo 66S que contienen una bolsita de polietileno de 100 µm de grosor, con 800 kg de polvo.

- 25 Estos tres contenedores se cerraron simultáneamente y de manera idéntica. Después, estos tres contenedores flexibles se colocan al lado los unos de los otros, en paletas de madera, y se conservan durante un año en un mismo almacén sin calefacción y sin aislamiento. Sufren por lo tanto las variaciones de temperatura y de humedad relacionadas con el cambio natural del clima, pero también con las variaciones habituales entre los periodos de día y noche.

Después de un año de almacenamiento, los contenedores flexibles son recogidos en una instalación de vaciado adaptada a este tipo de recipiente y se observa la facilidad a la que se vacían:

- 30 - para el polvo de MALTISORB® P90 solo: después de la abertura del canal de vaciado, no fluye ningún polvo. El producto está totalmente aglutinado y es imposible vaciar este contenedor flexible.

- para la mezcla con el estearato de magnesio: después de la abertura del canal de vaciado, el producto fluye muy mal y rápidamente numerosos y grandes grumos obturan el canal de vaciado. Se necesitan numerosas intervenciones manuales para vaciar completamente el contenedor con una pérdida consecuente de producto. El producto recuperado no se puede utilizar tal cual en su aplicación final ya que presenta demasiados grumos duros y por que su granulometría es muy diferente a la de su granulometría inicial.

- 35 - para la mezcla con fécula deshidratada: después de la abertura del canal de vaciado, el polvo fluye muy rápida y regularmente. El polvo recuperado presenta algunos grumos pequeños muy desmenuzables y su granulometría es poco diferente de la original. La mezcla podrá ser utilizada tal cual sin preocupación en su aplicación final.

REIVINDICACIONES

1. Composición pulverulenta de maltitol cristalizado, caracterizada por que:
- presenta un diámetro medio volúmico láser comprendido entre 10 y 150 μm ;
 - presenta una riqueza en maltitol comprendida entre el 80 y el 99,9% en peso;
- 5 - al menos el 50% en peso de sus partículas fluyen a través de un tamiz de umbral de corte de 2000 μm según un ensayo A1; consistiendo dicho ensayo A1 en:
- introducir 100 gramos de dicha composición en bolsitas de polietileno de baja densidad de dimensiones interiores 10 cm x 5 cm obtenidas por termosellado de tres lados de películas de polietileno de baja densidad de 100 μm de grosor, siendo dichas bolsitas termoselladas herméticamente,
- 10 - colocar las bolsitas, separadamente, en un recinto climático,
- experimentando las bolsitas durante 7 días una sucesión de ciclos de:
 - 3,5 horas a 23°C con el 83% de humedad relativa (o HR),
 - 0,5 horas de transición,
 - 3,5 horas a 40°C con el 92% de HR,
- 15 - 0,5 horas de transición.
- siendo las bolsitas después abiertas y vertidas sobre un tamiz de 2000 μm de malla puesto en vibración durante 10 segundos sobre su soporte de marca Fritsch Pulverisette Type 00.502, ajustándose la amplitud de la vibración a 5 y siendo permanente,
 - expresándose el resultado entonces en porcentaje en peso de partículas que atraviesan el tamiz de 2000 μm ,
- 20 - al menos el 35% en peso de sus partículas fluyen a través de un tamiz de umbral de corte de 2000 μm según un ensayo A2; consistiendo dicho ensayo A2 en:
- introducir 100 gramos de dicha composición en unas bolsitas de polietileno de baja densidad de dimensiones interiores 10 cm x 5 cm obtenidas por termosellado de tres lados de películas de polietileno de baja densidad de 100 μm de grosor, siendo dichas bolsitas termoselladas herméticamente
- 25 - colocar las bolsitas, separadamente, en un recinto climático,
- colorar sobre las bolsitas un peso de 2 kg
 - experimentando las bolsitas durante 7 días una sucesión de ciclos de:
 - 3,5 horas a 23°C con el 83% de humedad relativa (o HR),
 - 0,5 horas de transición,
- 30 - 3,5 horas a 40°C con el 92% de HR,
- 0,5 horas de transición.
 - siendo las bolsitas después abiertas y vertidas sobre un tamiz de 2000 μm de malla puesto en vibración durante 10 segundos sobre su soporte de marca Fritsch Pulverisette Type 00.502, ajustándose la amplitud de la vibración a 5 y siendo permanente,
- 35 - expresándose el resultado entonces en porcentaje en peso de partículas que atraviesan el tamiz de 2000 μm
- comprende del 0,3 al 20% en peso de al menos un agente antiapelmazante insoluble en agua seleccionado del grupo constituido por la sílice pirogenada, el silicato aluminosódico y el fosfato tricálcico anhidro, o del 0,5 al 20% de un agente antiapelmazante seleccionado entre la fécula de patata deshidratada con menos del 12% de agua residual, preferentemente menos del 10% de agua residual, preferentemente con menos del 8% de agua residual, preferiblemente con el 6% de agua residual;
- 40 presentando dicho agente antiapelmazante un diámetro medio volúmico láser inferior a 100 μm y una higroscopicidad determinada según el ensayo B comprendida entre el 2,5 y el 25%, consistiendo dicho ensayo B en:
- hacer experimentar, en el equipo Dynamic Vapour Sorption Serie 1 fabricado por la compañía Surface

Measurement SystemTM, equipado de una microbalanza diferencial y en el que el gas vector es el nitrógeno, en menos de 10 mg de la composición, el ensayo de humedad relativa siguiente:

- 5 horas a 20°C,
- subida del 20% al 70% en 30 minutos
- 5 - mantenimiento de 5 horas al 70%
- subida del 70% al 80% en 30 minutos
- mantenimiento de 5 horas al 80%
- 10 - siendo entonces la higroscopicidad dada por la relación $(m_{80} - m_{20}) / m_{20} \times 100$ expresada en %, en la que m_{20} es la masa de la muestra al final de las 5 horas con el 20% de HR, y m_{80} la masa de la muestra al final de las 5 horas con el 80% de HR.
- 2. Composición según la reivindicación 1, caracterizada por que presenta un diámetro medio volúmico láser comprendido entre 50 y 90 μm ; preferentemente entre 60 y 80 μm .
- 3. Composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizada por que presenta un diámetro medio volúmico láser comprendido entre 15 y 50 μm ; preferentemente entre 20 y 40 μm .
- 15 4. Composición según cualquiera de las reivindicaciones 1-2, caracterizada por que es susceptible de ser obtenida por la mezcla:
 - de maltitol cristalizado que presenta un diámetro medio volúmico láser comprendido entre 10 y 150 μm ; y
 - de al menos un agente antiapelmazante insoluble en agua, presentando dicho agente antiapelmazante una higroscopicidad determinada según el ensayo B comprendida entre el 2,5 y el 25%, y que presenta preferentemente un diámetro medio volúmico láser inferior a 100 μm .
- 20 5. Composición según la reivindicación 4, caracterizada por que el maltitol cristalizado presenta un diámetro medio volúmico láser comprendido entre 50 y 90 μm ; preferentemente entre 60 y 80 μm .
- 6. Composición según la reivindicación 4, caracterizada por que el maltitol cristalizado presenta un diámetro medio volúmico láser comprendido entre 15 y 50 μm ; preferentemente entre 20 y 40 μm .
- 25 7. Composición según cualquiera de las reivindicaciones 1-6, caracterizada por que comprende del 0,3 al 3% en peso, preferentemente aproximadamente del 0,5 al 2% en peso de sílice pirogenada o de silicato aluminosódico.
- 8. Composición según cualquiera de las reivindicaciones 1-6, caracterizada por que comprende del 0,3 al 3% en peso, preferentemente alrededor del 2% en peso de fosfato tricálcico anhidro.
- 30 9. Composición según cualquiera de las reivindicaciones 1-6, caracterizada por que comprende del 0,5 al 20% en peso, preferentemente alrededor del 5% en peso de fécula deshidratada con el 6% de agua residual.
- 10. Utilización de al menos un agente antiapelmazante insoluble en agua seleccionado del grupo constituido por la sílice pirogenada, el silicato aluminosódico, el fosfato tricálcico anhidro y la fécula de patata deshidratada, con menos del 12% de agua residual, preferentemente con menos del 10% de agua residual, preferentemente con menos del 8% de agua residual, preferentemente con el 6% de agua residual, y sus mezclas, y que presenta:
 - 35 - una higroscopicidad determinada según el ensayo B comprendida entre el 2,5 y el 25%, y
 - preferentemente, un diámetro medio volúmico láser inferior a 100 μm ,
 para la preparación de una composición pulverulenta de maltitol cristalizado según cualquiera de las reivindicaciones 1-9.
- 40 11. Utilización de la composición según cualquiera de las reivindicaciones 1-9 para el relleno de contenedores flexibles.
- 12. Utilización de una composición según cualquiera de las reivindicaciones 1-9, para la preparación de composiciones alimenticias, en particular de confitería, tales como las gomas de mascar, los chocolates, los edulcorantes de mesa, las galletas, los helados, las bebidas en polvo, los dulces, las preparaciones para tartas o polvos chocolateados o de vainilla para el desayuno; y/o para la preparación de composiciones farmacéuticas, en particular de formas secas farmacéuticas tales como las cápsulas de gel, los medicamentos de tipo polvos para disolver, los comprimidos y las preparaciones nutritivas pulverulentas para diluir.
- 45