

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 640 480**

51 Int. Cl.:

C07C 29/78 (2006.01)

C07C 31/26 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.09.2010** **PCT/FR2010/051822**

87 Fecha y número de publicación internacional: **10.03.2011** **WO11027078**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.09.2010** **E 10763795 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.06.2017** **EP 2473465**

54 Título: **Polvo de cristales de manitol que tiene un bajo contenido en partículas finas y su procedimiento de fabricación**

30 Prioridad:

01.09.2009 FR 0955959

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

03.11.2017

73 Titular/es:

ROQUETTE FRERES (100.0%)
62136 Lestrem, FR

72 Inventor/es:

BOIT, BAPTISTE;
LEFEVRE, PHILIPPE y
LIS, JOSÉ

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

Observaciones :

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 640 480 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

Polvo de cristales de manitol que tiene un bajo contenido en partículas finas y su procedimiento de fabricación

La presente invención se refiere a una composición pulverulenta de cristales de manitol pobre en partículas finas. La invención se refiere también al procedimiento de obtención de tal composición pulverulenta de manitol.

El 1,2,3,4,5,6-hexanoheptol ($C_6H_{14}O_6$), denominado comúnmente manitol, es un poliol obtenido por extracción de vegetales tales como algas, o por síntesis tal como por hidrogenación catalítica de la manosa o de la fructosa. La hidrogenación de la manosa se efectúa con un rendimiento estequiométrico y proporciona el manitol. Mientras que la hidrogenación catalítica de la fructosa, aunque permite la obtención del manitol, posee un rendimiento no estequiométrico ya que la hidrogenación de fructosa no es estereoespecífica y proporciona una cantidad igual de sorbitol.

El manitol presenta un gran interés debido a su estabilidad química, debido a una higroscopicidad casi nula, a su bajo poder calórico y a su índice glucémico inferior al de la sacarosa, poseyendo al mismo tiempo ventajosamente una solubilidad elevada, un sabor azucarado y refrescante en la boca. Además, el manitol posee la particularidad de no ser cariogénico, lo que presenta una ventaja en la industria farmacéutica o alimenticia, en particular en el campo de la confitería, y más particularmente de las gomas de mascar. Permite por lo tanto la fabricación de productos de confitería no cariogénicos en la medida en la que los otros ingredientes de la formulación no aportan azúcares fermentables.

La técnica anterior describe la utilización de manitol cristalizado en los procedimientos de obtención de gomas de mascar, que comprenden de manera general cinco etapas (Formulation and production of chewing and bubble gum, editado por Douglas Fritz, Kennedy's Publication Ltd, London, UK). Durante la primera etapa, los diferentes compuestos se mezclan por medio de una amasadora que comprende 2 palas en forma de Z. El ciclo entero de la operación tiene una duración de 15 a 20 minutos y los ingredientes se añaden a medida que avanza la amasadora. A fin de hacer la goma más maleable, ésta se calienta previamente y durante la mezcla. Al final de la mezcla, la temperatura de la pasta es de aproximadamente 50°C. Entre los ingredientes constitutivos de las gomas de mascar, se distinguen dos grandes grupos que son los elementos insolubles en agua, y por lo tanto en la saliva, tales como principalmente la goma base, y los elementos solubles en agua, que confieren a la goma de mascar su sabor, tales como los edulcorantes en particular. La etapa de mezcla va seguida de una segunda etapa de extrusión en caliente a fin de obtener una tira de goma de mascar más o menos ancha según el aparato utilizado. A fin de reducir el grosor de la tira obtenida, se prevé una etapa de laminado. Durante esta etapa, la tira pasa sucesivamente entre varios pares de rodillos de separación decreciente. La etapa de laminado va seguida de una última etapa de formación/recorte, que puede ser una simple etapa de moldeado asociada a un corte o corte previo de la tira obtenida antes del envasado. Ahora bien, después de la etapa de extrusión en caliente, la tira de goma es extremadamente pegajosa. De hecho, a fin de evitar su destrucción o la pérdida de su integridad durante el laminado, se procede clásicamente a una etapa de espolvoreado sobre las dos caras de la tira entre las etapas de extrusión y de laminado. Se utilizan numerosos agentes en los polvos de espolvoreado. Se encuentran así unos agentes fluidificantes o unos agentes anti-aglutinantes, tales como el talco, el carbonato de calcio, el fosfato tricálcico, la sílice o los silicatos. Todos estos agentes minerales son susceptibles de degradar las propiedades organolépticas de las gomas de mascar obtenidas. En efecto, estos agentes son insolubles, sin sabor, incluso desagradable, en la boca.

Por otro lado, el polvo más ampliamente utilizado para el espolvoreado es el talco. Ahora bien, el talco puede ser objeto de contaminación por un producto de naturaleza química muy similar y sin embargo muy tóxico: el amianto. Así, el talco contaminado puede estar implicado en procesos de cancerización, ya sea del tubo digestivo tras una absorción por vía oral, o del tejido pulmonar durante una absorción por vía respiratoria, en particular durante su manipulación. La manipulación del talco está por lo tanto reglamentada y son obligatorios unos equipos de protección respiratoria para el personal de producción.

El documento EP 0 645 096 A1, y más particularmente su ejemplo 1, se refiere a un polvo de manitol obtenido por solubilización de cristales de manitol, atomización de la solución obtenida y finalmente granulación del polvo obtenido.

El polvo pulverulento según este documento EP 0 645 096 se distingue de la invención por que no es una composición pulverulenta de cristales de manitol directamente obtenida por cristalización de una solución de manitol.

El documento EP 1 138 661 A1, y más particularmente su ejemplo 1, se refiere a un procedimiento de obtención de granulados de cristales de manitol. La composición pulverulenta del documento EP 1 138 661 no se obtiene por lo tanto directamente por cristalización de una solución de manitol, sino por granulación de cristales de manitol.

A fin de reducir las cantidades de talcos incorporados durante la elaboración de las gomas de mascar, se utilizan regularmente unos polvos de polioles no higroscópicos, tales como en particular el manitol. Generalmente, los polvos de polioles son de granulometría muy fina a fin de sustituir el talco, a su vez granulometría muy fina (polvo de granulometría inferior a 40 μm y de diámetro medio inferior a 10 μm), y a fin de no ser notado sobre la lengua durante la degustación de la goma de mascar.

Sin embargo, no se recomienda una sustitución total del talco por estos polvos, ya que tienen una fluidez muy mala, haciéndolos inadecuados para el espolvoreado. En el caso de una sustitución parcial, el talco que tiene una fluidez muy buena, confiere a la mezcla una fluidez aún escasa, pero suficiente para permitir el espolvoreado de la tira de goma de mascar. Ahora bien, incluso en el ámbito de una sustitución parcial del talco, la reducción de fluidez de la mezcla de polvo es tal que obliga a la deposición de una gran cantidad de polvo sobre la tira de goma de mascar, lo que induce un desperdicio importante, una degradación de la calidad de las gomas de mascar obtenidas, o una modificación de las condiciones de ajuste de los aparatos.

Por otro lado, la baja granulometría de estos polvos aumenta la generación de polvos en suspensión en el aire, acentuando así los riesgos para los manipuladores asociados a la presencia de amianto en el talco.

Finalmente, se observa un fenómeno de solidificación de los polvos de polioles de granulometría fina en su envasado. En efecto, estos polvos son inestables por que se apelmazan durante el almacenamiento o durante el transporte. Las masas obtenidas se pueden desunir sólo bajo el ejercicio de fuerzas muy elevadas.

Aunque la utilización de anti-apelmazantes en la alimentación genera restricciones reglamentarias, ya que se pueden considerar como tóxicos o peligrosos, se ha considerado esta solución. Sin embargo, a pesar de que se ha puesto en evidencia una reducción de la formación de apelmazamiento en el caso de los polvos de polioles higroscópicos, no se observa ningún cambio de comportamiento similar para unos polvos de polioles poco o nada higroscópicos. En consecuencia, estos anti-apelmazantes tienen un efecto sólo sobre algunos polvos y no sobre otros como es el caso del manitol.

El estado de la técnica propone también, con el fin de mejorar las características de las composiciones pulverulentas de manitol, efectuar después de la cristalización del manitol unas etapas suplementarias de atomización o de granulación. Ahora bien, estos procedimientos son relativamente costosos.

A fin de obtener un polvo estable al almacenamiento y al transporte, que tengan buenas características de fluidez, y particularmente ventajosas durante su utilización durante procedimientos de obtención de la goma de mascar, la invención se refiere a una composición pulverulenta de cristales de manitol obtenida por (i) cristalización del manitol en un disolvente, preferiblemente en agua, seguida de (ii) una etapa de separación de los cristales de la suspensión de cristales obtenida (iii) de una etapa de secado de los cristales y (iv) de una etapa de selección, presentando dicha composición una distribución granulométrica en volumen determinada por granulometría láser, que presenta:

- del 72 al 99,9%, preferentemente del 75 al 99%, más preferiblemente del 80 al 98%, y más preferiblemente aún del 85 al 97%, de partículas de granulometría superior a 75 μm ,

- del 0,1 al 60%, preferentemente del 1 al 55%, más preferiblemente del 2 al 40%, y más preferiblemente aún del 3 al 35% de partículas superior a 250 μm ,

- un diámetro medio de 100 a 300 μm , preferentemente de 120 a 270 μm , más preferiblemente de 150 a 250 μm , aún más preferiblemente de 170 a 230 μm .

En el sentido de la invención, se entiende por "composición pulverulenta de cristales de manitol" o por "polvo de cristales de manitol", el producto obtenido por cristalización de una solución pura o impura de manitol. A saber, una solución que comprende del 20% al 100% sobre materias secas de manitol. Se citará en ejemplo la patente europea EP0202168.

Tal procedimiento tiene la particularidad de permitir la obtención de una composición de cristales mayoritariamente individualizados. Por mayoritariamente" se entiende más del 50% de cristales individualizados, preferiblemente del 60 al 100%, incluso del 70 al 99,9% y más preferiblemente del 80 al 98% de cristales individualizados. Mediante el uso del término "individualizado" se entiende la noción de unidad por oposición a un aglomerado, un agregado o una masa de cristales.

En el sentido de la invención, se entiende por "cristales" unos poliedros de estructura periódica, directamente obtenidos por cristalización, a saber mediante el paso de un cuerpo del estado líquido, solvatado (disuelto en un disolvente) o gaseoso al estado sólido.

Así, un polvo de manitol obtenido por granulación de una composición cristalina no constituye un polvo de cristales de manitol en el sentido de la invención, por que los cristales de este polvo están aglomerados. El experto en la materia habla de aglomerados de cristales. Asimismo, un polvo obtenido por atomización de un jarabe de manitol no constituye una composición de cristales de manitol en el sentido de la invención ya que este polvo está constituido de esferas que tienen una estructura en esponja compuesta de microcristales asociados en una masa con o sin fase amorfa. Cada esfera se obtiene mediante el secado de una gota de jarabe pulverizado durante la atomización. El experto en la materia habla de atomizado. Finalmente, una composición de cristales según la invención se distingue de las masas obtenidas por fundición por que las partículas obtenidas están formadas de microcristales unidos los unos sobre los otros. Estas composiciones (granulados atomizados y masas) son diferentes estructuralmente de la composición según la invención y de hecho, tienen características físicas y aplicaciones distintas.

Según una primera variante, la cristalización se efectúa mediante procedimientos de enfriamiento o de evaporación de una solución de poliol.

Según una segunda variante, la cristalización se efectúa mediante procedimientos fisicoquímicos. Típicamente, la cristalización se efectúa por adición de un diluyente, más particularmente de un disolvente orgánico tal como un alcohol.

Según una tercera variante, la cristalización se efectúa de manera fraccionada, es decir por cristalizaciones sucesivas, los cristales obtenidos en cada etapa son solubilizados en un disolvente y después cristalizados de nuevo.

Típicamente, la etapa de cristalización va seguida de una etapa de selección de las partículas eventualmente precedida de una trituración de cristales obtenidos.

Preferiblemente, la selección de partículas se efectúa mediante un procedimiento de clasificación por tamizado o sobre un separador neumático.

Los valores de distribución granulométrica se determinan en un granulómetro de difracción LASER de tipo LS 230 de la compañía BECKMAN-COULTER, equipado de su módulo de dispersión de polvo por aspiración (aspirador de 1400 vatios) de la muestra (vía seca), siguiendo el manual técnico y las especificaciones del fabricante.

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

El intervalo de medición del granulómetro de difracción LASER tipo LS 230 es de 0,4 μm a 2000 μm . Los resultados se calculan en porcentaje en volumen, y se expresan en micrones (μm). El modo de cálculo utilizado es aquel según la teoría de FRAUNHOFER. Así, una granulometría superior a 75 μm corresponde a unas partículas medidas entre 75 a 2000 μm , y una granulometría superior a 250 μm corresponde a unas partículas medidas entre 250 y 2000 μm .

La curva de distribución granulométrica permite también determinar el valor del diámetro medio de volumen (media aritmética) D_{4,3}.

Según una variante de la invención, la composición pulverulenta de cristales de manitol comprende una nota de fluidez superior o igual a 55, preferiblemente situada entre 60 y 90, y más preferiblemente situada entre 65 y 85, aún más particularmente entre 68 y 80.

La aptitud a la fluidez se evalúa utilizando el aparato POWDER TESTER de tipo PTE comercializado por la compañía HOSOKAWA. Este aparato permite medir, en condiciones estandarizadas y reproducibles, la aptitud a la fluidez de un polvo y calcular una nota de fluidez, también denominada índice de fluidez, basándose en los trabajos de M. Ralph Carr (1965). La nota de fluidez se calcula a partir de los valores obtenidos por la realización de los cuatro ensayos siguientes: compresibilidad, ángulos de reposo, ángulo de espátula, uniformidad (véase el manual técnico del aparato POWDER TESTER de tipo PTE). Para este último ensayo, la granulometría utilizada es la obtenida por granulometría láser descrita anteriormente.

Tal valor de fluidez confiere a la composición pulverulenta según la invención buenas características para una utilización durante el procedimiento de obtención de goma de mascar, en particular durante el cual es posible un ajuste preciso de la cantidad de polvo a depositar sobre la goma base. Esta fluidez es también una ventaja para las numerosas utilizaciones del manitol en el campo de los medicamentos. Permite un relleno más fácil de las bolsas, de las cápsulas, y facilita también la producción de los comprimidos permitiendo un relleno más fácil de las matrices de las prensas a comprimir.

Según una variante ventajosa, la composición pulverulenta de cristales de manitol presenta una riqueza en manitol del 96 al 100% en peso, preferentemente entre el 97% y el 99,9% en peso, más preferiblemente entre el 98 y el 99,8% en peso.

Según otra variante ventajosa, el polvo de cristales de manitol presenta una compresibilidad comprendida entre el 30 y el 15%, preferentemente entre el 27 y el 12%, y más preferiblemente entre el 24 y el 10%.

Tal valor de compresibilidad confiere al polvo de manitol una mejor estabilidad de su estado pulverulento al almacenamiento. Cuando el valor de compresibilidad es superior al 20%, el polvo no presenta una fluidez libre y tiende a formar bóvedas en la tolva (manual aparato PTE de HOSOKAWA). Para valores particulares de compresibilidad del 40-50%, se vuelve incluso imposible descargar el material de la tolva una vez que el material ya se ha almacenado en ella.

Ventajosamente, la composición pulverulenta de cristales de manitol presenta una densidad aireada superior a 0,480 g/ml, preferentemente comprendida entre 0,540 y 0,700 g/ml, más preferiblemente comprendida entre 0,580 y 0,650 g/ml, y una densidad tasada comprendida entre 0,700 y 0,860 g/ml, preferentemente comprendida entre 0,750 y

0,830 g/ml y más preferiblemente comprendida entre 0,750 y 0,800 g/ml.

5 Tal valor de densidad aireada y de densidad tasada confiere al polvo de manitol una densidad suficientemente elevada para que los costes de envasado y de transporte respeten los estándares comerciales, es decir que los fabricantes no estén obligados a envasar y transportar mucho aire además del producto. Por el contrario, los polvos con densidad demasiado elevada presentan defectos durante sus utilizaciones tecnológicas: falta de compresibilidad, disolución lenta, dificultad de una dosificación precisa.

Los valores de densidad tasada y aireada, y de compresibilidad, de la composición pulverulenta de cristales de manitol según la invención se determinan utilizando el aparato POWDER TESTER de tipo PTE comercializado por la compañía HOSOKAWA, siguiendo las especificaciones del fabricante.

10 Este aparato permite medir, en condiciones estandarizadas y reproducibles, la aptitud al flujo de un polvo midiendo en particular la densidad aireada a granel y la densidad tasada a granel y después calcular, a partir de estos datos, los valores de compresibilidad mediante la fórmula siguiente:

$$\text{Compresibilidad (\%)} = \frac{(\text{densidad tasada} - \text{densidad aireada})}{\text{Densidad tasada}} \times 100$$

15 Las mediciones de densidad tasada y de densidad aireada se realizan sobre el aparato POWDER TESTER de tipo PTE, como se ha mencionado anteriormente, según el método recomendado en el manual de uso de dicho POWDER TESTER (ajuste por defecto sobre 180 sacudidas para la medición de la densidad tasada).

Tales composiciones pulverulentas tienen una resistencia al apelmazamiento particularmente importante y tienen muy buenas características de fluidez, de densidad frente a manitos del estado de la técnica y son particularmente adecuadas para una utilización en los procedimientos de fabricación de gomas de mascar, debido a su buena fluidez y a su baja tendencia a crear polvo.

20 La invención se refiere también al procedimiento de obtención de una composición pulverulenta de cristales de manitol que comprende del 72 al 99,9%, preferentemente del 75 al 99%, más preferiblemente del 80 al 98%, y más preferiblemente aún del 85 al 97% de partículas de granulometría superior a 75 µm según la invención, que comprende:

a) una etapa de cristalización de manitol en un disolvente, preferiblemente en agua,

25 b) una etapa de separación de los cristales de la suspensión de cristales obtenida,

c) una etapa de secado de los cristales,

d) una etapa de selección de los cristales, y

e) una etapa de recuperación de la composición pulverulenta.

30 El secado puede efectuarse mediante medios conocidos por el experto en la materia, tales como lechos de aire fluidizados por ejemplo, una secadora neumática o rotativa.

La separación de los cristales de la suspensión de cristales obtenida se efectúa típicamente por una etapa de centrifugación o de filtración. La realización de tales métodos de centrifugación o de filtración es conocida por el experto en la materia.

35 De manera ventajosa, la etapa de selección b) se efectúa mediante un procedimiento de clasificación por tamizado o neumática.

40 Por "selectores neumáticos" se entienden unos aparatos que separan los polvos según su granulometría por el uso de flujo de aire. Tales selectores están descritos en el artículo "Classification pneumatique" de Pierre BLAZY y El-Aïd JDID Technique de l'ingénieur, traité Génie des Procédés. Estos selectores pueden ser con cámaras de selección estáticas que utilizan una corriente gaseosa horizontal, vertical o mixta, tales selectores pueden ser con o sin deflector. Otro tipo de selector neumático es el selector que utiliza la fuerza centrífuga. Entre estos últimos, se describen unos ciclones estáticos, los selectores con rotor de eje horizontal y los selectores mecánicos con eje vertical.

45 De manera preferida, los polvos cristalinos se obtienen por cristalización y después selección de partículas. Preferiblemente la selección de partículas se efectúa por un selector neumático. Ventajosamente el selector neumático es un selector estático preferiblemente de corriente gaseosa vertical. De manera particularmente ventajosa, el selector neumático es un selector en zig-zag.

Tal selector se describe en la patente US 1.861.248.

La selección en un selector en zig-zag es una selección de gravedad del aire. Se trata de un procedimiento de

selección en el que las partículas sólidas se clasifican según su comportamiento durante su caída, ya que en la zona de selección están sometidas a la fuerza gravitacional y a la fuerza de arrastre del flujo de aire. La selección se basa en realidad en la diferencia de trayectoria de partículas no idénticas en la zona de selección.

5 De manera ventajosa, el selector en zig-zag comprende varios niveles, comprendiendo el selector preferiblemente 13 niveles. La presencia de estos niveles permite utilizar el mismo aire para todos los niveles, y repetir la selección al mismo tiempo en la corriente ascendente de las partículas ligeras y en la corriente de aire descendente de las partículas grandes.

10 Según un modo de realización preferido del procedimiento conforme a la invención, la etapa de selección b) de las partículas se efectúa por un selector en zig-zag que comprende un solo canal. Preferiblemente, el canal presenta una anchura de 20 mm y una profundidad de 220 mm.

15 El selector se construye ensamblando un número de secciones juntas con un ángulo fijado a fin de crear el canal del zig-zag. Preferiblemente, el selector en zig-zag presenta unos ángulos de 120°. El canal tiene una sección rectangular. Su geometría particular y la dirección del flujo de aire induce entonces a dos corrientes de partículas distintas: una corriente de partículas finas llevadas por la corriente de aire ascendente; una corriente de partículas grandes que desciende a lo largo de la pared más baja de cada sección.

En cada nivel, las partículas de las dos corrientes están por lo tanto sometidas a una nueva selección. Después de lo cual las partículas continúan sus movimientos en la corriente de partículas originales o son transportadas en la corriente de dirección opuesta.

20 El rendimiento del selector está determinado por el comportamiento de las partículas en cada nivel por un lado y por la interacción entre los niveles por otro lado.

La ventaja del procedimiento conforme a la invención es que el selector en zig-zag tal como se describe permite clasificar una composición pulverulenta de cristales de manitol en dos fracciones (finas y gruesas).

Para hacer esto, se envía un chorro de aire ascendente (aire primario) en el selector en zig-zag, permitiendo su velocidad caracterizar el diámetro de corte.

25 Las partículas de diámetro superior al diámetro de corte bajan a pesar del chorro de aire, mientras que las otras se arrastran por el aire ascendente.

De manera ventajosa, cada nivel del selector en zig-zag presenta una altura de 92 mm. Preferiblemente, la alimentación se efectúa en el 9º nivel.

Según una variante preferida, la etapa de selección b) comprende las etapas siguientes:

30 b.1) alimentar un selector en zig-zag con una composición pulverulenta de cristales de manitol que presenta un diámetro medio aritmético comprendido entre 80 y 145 μm ,

35 b.2) ajustar el caudal de aire primario a fin de recuperar una fracción de composición pulverulenta de cristales de manitol que presenta un diámetro aritmético comprendido entre 100 y 300 μm , preferentemente de 120 a 270 μm , más preferiblemente de 150 a 250 μm , y aún más preferiblemente de 170 a 230 μm , y una distribución granulométrica en volumen, determinada por granulometría láser del 0,1 al 60%, preferentemente del 1 al 55%, más preferiblemente del 1 al 40%, y aún más preferiblemente del 1 al 35% de partículas superior a 250 μm .

Ventajosamente, el caudal de alimentación del selector en zig-zag en composición pulverulenta de cristales de manitol según la etapa b-1) es de 9 a 15 kg/h, preferiblemente 10 a 13 kg/h, y más preferiblemente 12 kg/h.

40 La composición pulverulenta de cristales de manitol conforme a la invención se puede utilizar ventajosamente en la industria alimenticia, por ejemplo en los campos de la confitería, más particularmente el de la goma de mascar.

45 En el campo de la goma de mascar, como se ejemplificará a continuación, la casi ausencia de finas partículas en la composición pulverulenta de cristales de manitol conforme a la invención permite entonces obtener una mejor fluidez del polvo, permitiendo una sustitución total del talco en el espolvoreado de la tira de goma de mascar, eliminando cualquier problema de toxicidad potencial del talco por la contaminación eventual por amianto, reduciendo el paso en el aire del polvo, disminuyendo por lo tanto la pérdida en polvo y mejorando las condiciones de trabajo de los manipuladores.

Sin embargo, nada impide utilizarlo para otros fines, como por ejemplo en los campos:

50 - del "baking" (en la decoración de repostería tales como los buñuelos "doughnut", más particularmente por su capacidad de fluidez, en los sistemas de dosificaciones y de mezcla en aplicaciones mixta de panadería/repostería, panaderías industriales (facilidad de dosificación) o pastelería industrial.

- fondants,

- formas farmacéuticas, tales como bolsitas, cápsulas y comprimidos,
- preparaciones instantáneas,
- soportes de aromas,
- soportes de edulcorantes intensos,

- 5 - cereales y cereales desayuno (en glaseado), y
- en las salsas sin azúcar añadido.

La invención se entenderá mejor con la ayuda de los ejemplos siguientes, los cuales no pretenden ser limitativos y sólo informan de algunos modos de realización y de algunas propiedades ventajosas de la composición pulverulenta de cristales de manitol según la invención.

10 Ejemplo 1

Se ha cristalizado un jarabe de manitol al 96% según la patente europea EP0202168.

La cristalización está seguida de una etapa de secado, siendo tal polvo comercializado por la compañía solicitante bajo la denominación de MANNITOL P60.

- 15 El polvo de manitol cristalizado obtenido se introduce en la tolva de alimentación de un selector en zig-zag cuyo canal posee unos ángulos de 120°, un ancho de 20 mm y una profundidad de 220 mm. Posee trece niveles que tienen cada uno una altura de 92 mm. La alimentación se efectúa en el 9º nivel. Se llevan a cabo diferentes vías de selección a fin de obtener unos polvos de manitol cristalizado que tenga un bajo contenido en partículas finas (fracción gruesa).

Para ello, se adapta sobre todo el caudal de alimentación de aire primario.

- 20 La velocidad del aire ascendente define en efecto el diámetro de corte de la mezcla inicial.

Es así que, partiendo del mismo polvo de cristales de manitol, en este caso el MANNITOL 60, la utilización de un caudal de aire primario permite hacer variar la distribución granulométrica de los polvos de manitol que tienen un bajo contenido en partículas finas.

Las condiciones de realización se presentan en la tabla 1 siguiente.

- 25 Tabla 1

			Caudal de fracciones (kg/h)		Alimentación			Fracción gruesa (µm)		
			Caudal de fracción de finas	Caudal de fracción de gruesas	Diámetro aritmético medio (µm) D(4,3)	% en volumen > 75	% en volumen > 250	Diámetro aritmético medio (µm) D(4,3)	% en volumen > 75	% en volumen > 250
Producto "A"	12	27	4,2	7,8	134	66,5	10,5	178	85,7	18,4
Producto "B"	12	36	9,6	2,4	134	66,5	10,5	228	95,1	32,5

Ejemplo 2

- 30 Los polvos del ejemplo 1 se han comparado con los polvos de manitol cristalizados vendidos por la solicitante bajo la denominación de Mannitol 35 y de Mannitol 60 y a un polvo de manitol cristalizado a partir de un extracto de manitol de algas (Manitol vendido bajo la denominación de manitol cristalizado BRIGHTMOON®). Los resultados de estas mediciones se presentan en la tabla 2.

- 35 Los polvos del ejemplo 1 se han comparado con dos muestras de manitol cristalizadas Mannitol 35 y Mannitol 60 (comercializados por la solicitante) así como a un polvo de manitol cristalizado a partir de un extracto de manitol de algas (manitol vendido bajo la denominación manitol cristalizado BRIGHTMOON®). Los resultados de estas mediciones se presentan en la tabla 2.

Entre las muestras ensayadas, se observa que sólo las muestras A y B comprenden al mismo tiempo una nota de

fluidez que traduce muy buenas características de flujo y una compresibilidad, reflejo de una gran estabilidad al almacenamiento. Así, a pesar de que comprende una baja porción de partículas inferiores a 75 μm (10,7%), el manitol extraído de algas presenta una granulometría media superior a 300 μm (315 μm). A la inversa, a pesar de que comprende una granulometría media entre 100 y 300 μm , el manitol 60 presenta un porcentaje de partículas inferiores a 75 μm elevado al 33,5%.

Estas dos muestras presentan una fluidez claramente inferior a las muestras A y B (el manitol extraído de algas al 52%, Mannitol 60 al 51,5%, A al 62%, B al 64,5%), pero no obstante mejor que la muestra de Mannitol 35 (41,5%). Esto demuestra que una granulometría comprendida entre 100 y 300 μm es una característica en sí insuficiente para obtener un polvo cristalino de manitol que tiene una buena fluidez. Este es también el caso en una simple reducción de la proporción de partículas de menos de 75 μm . Por el contrario, una fuerte proporción de partículas que tiene una granulometría inferior a 75 μm y una granulometría media fuera de los límites 100 y 300 μm induce una mala fluidez del polvo (Mannitol 35 nota de flujo del 41,5%).

En lo referente a la característica de compresibilidad, el manitol extraído de algas presenta una mejor estabilidad al almacenamiento que el Mannitol 60 (respectivamente una compresibilidad de 28,1 y 34,8) pero ésta sigue siendo escasa en comparación con las muestras A y B (25,2 y 19,6). Así, la estabilidad al almacenamiento depende al mismo tiempo de la granulometría media del polvo y de la riqueza en partícula de menos de 75 μm . El Mannitol 35 que presenta al mismo tiempo una gran riqueza en partículas inferiores a 75 μm y un diámetro inferior a 100 μm comprende, él, una inestabilidad muy alta al almacenamiento (compresibilidad 43,4).

Se observa así que no hay adición de los efectos inducidos por estas dos características del polvo cristalino de manitol (diámetro medio del polvo cristalino y porcentaje de partículas inferior a 75 μm) sino realmente una cooperación.

Tabla 2

Muestras	Mannitol 35	Mannitol 60	Producto "A"	Producto "B"	Manitol extraído de algas
Porcentaje de partículas inferiores a 75 μm (%)	65,9	33,5	14,3	4,9	10,7
Porcentaje de partículas superiores a 250 μm	0,01	10,6	18,4	32,7	46,1
Diámetro medio (μm)	67	135	178	228	315
Nota de fluidez (sobre 100)	41,5	51,5	62	64,5	52
Densidad aérea	0,450	0,535	0,595	0,615	0,615
Densidad tasada	0,795	0,82	0,795	0,765	0,855
Compresibilidad	43,4	34,8	25,2	19,6	28,1

Ejemplo 3

Se realiza un ensayo de formación de apelmazamiento en laboratorio. Este ensayo permite estimular la formación de apelmazamientos que aparece en las "bigbags" (sacos que contienen de 500 a 1500 kg de polvo) de manitol.

Se coloca una cantidad de 1300 gramos de producto en una bolsa de polietileno de 100 μm de grosor (dimensión en plano de 32,4 cm sobre 20,9 cm). Esta bolsa se cierra después herméticamente tras expulsar el máximo de aire ocluido. Después, se coloca en un cilindro perforado de 22 cm de altura y 13 cm de diámetro, perforado con orificios de 8 mm de diámetro, dispuestos en filas escalonadas con una distancia de 12 mm entre los centros de los agujeros próximos. Un disco metálico de diámetro justo inferior al cilindro se coloca sobre la bolsa. Sobre este disco se coloca un peso de 6,6 kg, es decir el equivalente de una presión de 580 kg/m^2 , presión idéntica a la que sufre el polvo situado en el fondo de una big-bag.

El conjunto se coloca después en un recinto climático ajustado con el fin de someterlo a 15 ciclos de 6 horas (3 horas a una temperatura de 15°C y una humedad relativa del 85%, después 3 horas a una temperatura de 30°C y una humedad relativa de 85%).

Al final de estos ciclos, la bolsa se retira delicadamente del cilindro y se corta. Se efectúa una primera observación del polvo. La totalidad del polvo se introduce después en un tonelete de 5 litros (diámetro de abertura superior al diámetro del cilindro perforado), que se pone en rotación durante un minuto en una mezcladora de inversión

MIXOMAT A14 (FUSCHS/Suiza). La totalidad del polvo se vierte después en un tamiz cuyas mallas tienen unas aberturas cuadradas de aproximadamente 8 mm sobre 8 mm. Se recuperan así sólo los grumos de producto de más de 8 mm aproximadamente de diámetro, cuyo peso total se mide. El porcentaje de producto apelmazado se calcula dividiendo el peso de estos grumos por el peso inicial de manitol utilizado (1300 gramos).

5

Tabla 3

Muestra	Mannitol 35	Mannitol 60	A	B	Manitol extraído de algas
Aspecto del polvo	Bloque duro	Bloque friable	Bloque muy friable	Polvo fluido	Bloque muy friable
Porcentaje de producto aglomerado	24%	18%	8%	0%	10%

10

Los Mannitol 35 y Mannitol 60 tienen un porcentaje de producto aglomerado elevado, lo que indica que el polvo situado en el fondo de las big-bag adquirirá la cohesión muy rápidamente después del relleno y que estas big-bag se volverán muy difíciles de vaciar. Este envasado no es por lo tanto aconsejable para estas dos muestras. Para la muestra A y el manitol extraído de algas que presentan un porcentaje de apelmazamiento del 8%-10%, este envasado es por lo tanto considerable, pero el almacenamiento deberá ser limitado en el tiempo. Para la muestra B, el relleno, el almacenamiento y el vaciado de las big-bag no presentará ninguna dificultad: por lo tanto se puede comercializar en este tipo de equipamiento.

Ejemplo 4

15 Una producción industrial de goma de macar se realiza en una línea de producción de marca TOGUM (BOSH-TOGUM).

Esta producción se realiza con una fórmula estándar de goma de mascar "sin azúcar".

- Goma base: 32%

- Sorbitol en polvo NEOSORB® P60W: 49%

20 - Mannitol 60: 7%

- Jarabe de maltitol LYCASIN® 80/55HDS: 9%

- Glicerina: 0,2%

- aspartamo: 0,2%

- Aroma de menta líquida: 2,1%

25 - Aroma de menta en polvo: 0,5%

La etapa de mezcla se realiza en una amasadora de brazo en Z TOGUM GT120, de una capacidad de aproximadamente 60 kg. La mezcla se realiza de forma continua.

30

A t=0, se introduce en la amasadora la goma base previamente calentada durante una noche a 50°C y la mitad del sorbitol en polvo. A t=3 minutos, se introduce el manitol, a t=5 minutos el jarabe de maltitol, a t=7 minutos la mitad del sorbitol y el aspartamo, a t=11 minutos la glicerina, a t=12 minutos las aromas. A t=16 minutos, se detiene la mezcla y se descarga la pasta. La temperatura de la pasta es entonces de aproximadamente 55°C. Se divide esta en barras de aproximadamente 2 kg que se almacenan durante 1 hora a 20°C y un 50% de humedad relativa, lo que llevará la temperatura de la pasta a 47°C antes de la extrusión.

35

La etapa de extrusión se realiza en un equipo TOGUM TO-E82, con el cuerpo de la extrusora calentado a 40°C y la cabeza a 45°C.

40

La etapa de espolvoreado y la etapa de laminado se realizan en un laminador TOGUM TO-W191. Está equipado en primer lugar de dos puestos de espolvoreado, uno situado encima de la lámina de goma de mascar extruida y otro encima de una cinta transportadora situada por debajo de la tira de goma de mascar, cuya función es aportar el polvo de espolvoreado sobre la cara interna de la goma de mascar. Así, la tira de goma de mascar se espolvorea sobre las dos caras antes del primer puesto de laminado. Posteriormente, está equipado de 4 pares de rodillos de laminado con, situado entre el segundo y el tercer par, un sistema de eliminación de polvo constituido de un par de cepillos, uno situado sobre la parte inferior y el otro sobre la parte superior de la tira de goma de mascar. Este

sistema sirve para quitar el exceso de polvo sobre las dos caras de la tira de goma de mascar. Finalmente, está equipado de dos pares de rodillos para la formación y el corte a fin de conferir a la goma de mascar la forma final buscada, en el presente caso, los cojinetes.

5 Los polvos de manitol del ejemplo 2 se han analizado en espolvoreado. El polvo del espolvoreado estaba constituido únicamente de estos polvos de manitol: no se ha añadido ningún talco.

10 Las observaciones efectuadas fueron: facilidad para obtener la fluidez del polvo del equipamiento de espolvoreado, control de la cantidad de polvo depositado con respecto a la cantidad deseada, cantidad de polvo perdido, formación de polvo en suspensión en el aire, y aspecto de la goma de mascar después de la eliminación de polvo. Además, las gomas de mascar se analizaron por un jurado de 15 personas para determinar si el aumento del tamaño de las partículas del polvo de espolvoreado confiere a la goma de mascar una textura arenosa. Los ensayos se efectuaron según la norma AFNORV 09-014 (abril de 1982) sobre las muestras A a Z por un grupo de 5 o 6 muestras por ensayo. Las 5 o 6 muestras se presentaron simultáneamente, imponiendo un orden de degustación diferente para cada miembro del jurado. El descriptor impuesto, a saber el carácter arenoso en boca, se evalúa sobre una escala de 6 puntos graduados de la siguiente manera: ausencia, muy baja, baja, clara, pronunciada, muy pronunciada. El análisis de varianza (ANOVA de Friedman) discrimina las muestras con respecto a su carácter arenoso ($p < 0,05$). Los valores obtenidos se recogen en la tabla 4.

Tabla 4

Muestras	Mannitol 35	Mannitol 60	Muestra A	Muestra B	Manitol extraído de algas
Fluidez del polvo	Mala	Mala	Media	Buena	Mala
Control de la cantidad de polvo espolvoreado	Mala	Pasable	Más bien buena	Buena	Mala
Cantidad de polvo perdido	Muy elevada	Elevada	Media	Baja	Mala
Partículas en suspensión en el aire	Muchas	Muchas	pocas	Muy pocas	Muy pocas
Aspecto de la goma de mascar después de la eliminación de polvo	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme
Sensación arenosa a la degustación en boca	Ninguna	Ninguna	Ninguna	Ninguna	Clara

20 Los Mannitol 35, Mannitol 60 y el manitol extraído de algas presentan una mala fluidez, lo que hace difícil el ajuste del equipamiento de espolvoreado. La cantidad depositada es por lo tanto difícil de controlar. En consecuencia, el porcentaje de pérdida es importante. Ahora bien, mientras que los Mannitol 35 y 60 comprenden un porcentaje de partículas inferiores a $75 \mu\text{m}$ superior al 28%, el manitol extraído de algas comprende, por su parte, un porcentaje particularmente bajo de estas mismas partículas. Las muestras A y B, que presentan menos del 25% de partículas inferiores a $75 \mu\text{m}$ y un diámetro medio de partículas de 178 y $228 \mu\text{m}$ poseen una fluidez que permite controlar la cantidad de polvo depositado y limitar las pérdidas.

25 Por otro lado, debido a la presencia de partículas finas en los Mannitol 35 y Mannitol 60, el porcentaje de partículas en suspensión en el aire es elevado, en contraste con las muestras A y B o al manitol extraído de algas para los cuales se observa una baja densidad de partículas en el aire. La baja cantidad de partículas en suspensión es una ventaja para la limpieza de los locales y la salud de los operarios.

30 El diámetro medio de los polvos A y B permite al mismo tiempo favorecer la fluidez de los polvos, reducir el porcentaje de partículas en el aire durante la manipulación de estos polvos y no tener al mismo tiempo ninguna consecuencia negativa sobre las cualidades organolépticas de la goma de mascar obtenida. En efecto, mientras que el uso del manitol extraído de algas induce una sensación arenosa en boca, las muestras A y B, permitiendo una buena gestión de depósito de polvo de espolvoreado con un porcentaje reducido de polvo en suspensión en el aire así como un espolvoreado uniforme de las tiras de goma de mascar después de la eliminación de polvo, no conlleva ninguna sensación arenosa en boca.

REIVINDICACIONES

1. Composición pulverulenta de cristales de manitol obtenida por (i) cristalización de manitol en un disolvente seguida (ii) de una etapa de separación de los cristales de la suspensión de cristales obtenida, (iii) de una etapa de secado de los cristales y (iv) de una etapa de selección, caracterizándose dicha composición por que presenta una distribución granulométrica en volumen, determinada por granulometría láser, que presenta:
 - del 72 al 99,9%, preferentemente del 75 al 99%, más preferiblemente del 80 al 98%, de partículas de granulometría superior a 75 μm ,
 - del 0,1 al 60%, preferentemente del 1 al 55%, más preferiblemente del 2 al 40%, de partículas superiores a 250 μm ,
 - un diámetro medio de 100 a 300 μm , preferentemente de 120 a 270 μm .
2. Composición pulverulenta según la reivindicación 1, caracterizada por que presenta una nota de fluidez superior o igual a 55, preferiblemente situada entre 60 y 90.
3. Composición pulverulenta según una u otra de las reivindicaciones 1 o 2, caracterizada por que presenta una riqueza en manitol del 96 al 100% en peso, preferentemente entre el 97% y el 99,9% en peso.
4. Composición pulverulenta según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizada por que presenta una compresibilidad comprendida entre el 30 y el 15%, preferentemente entre el 27 y el 12%.
5. Composición pulverulenta según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizada por que presenta una densidad aérea superior a 0,480 g/ml, preferentemente comprendida entre 0,540 y 0,700 g/ml, y una densidad tasada comprendida entre 0,700 y 0,860 g/ml, preferentemente comprendida entre 0,725 y 0,830 g/ml.
6. Procedimiento de obtención de una composición pulverulenta de cristales de manitol que comprende del 72 al 99,9%, preferentemente del 75 al 99%, más preferiblemente del 80 al 98%, y más preferiblemente aún del 85 al 97% de partículas de granulometría superior a 75 μm , comprendiendo dicho procedimiento:
 - a) una etapa de cristalización de manitol en un disolvente, preferiblemente en agua
 - b) una etapa de separación de los cristales de la suspensión de cristales obtenida
 - c) una etapa de secado de los cristales
 - d) una etapa de selección de los cristales, y
 - e) una etapa de recuperación de la composición pulverulenta.
7. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por que la etapa de selección b) se efectúa por tamizado o selector neumático.
8. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado por que la etapa de selección b) se efectúa por un selector en zig-zag.
9. Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado por que la etapa de selección b) se efectúa por un selector en zig-zag que comprende varios niveles, preferiblemente 13 niveles.
10. Procedimiento según una u otra de las reivindicaciones 8 y 9, caracterizado por que la etapa de selección b) de las partículas se efectúa por un selector en zig-zag que comprende un único canal, presentando este canal preferiblemente un ancho de 20 mm y una profundidad de 220 mm.
11. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10, caracterizado por que la etapa de selección b) comprende las etapas siguientes:
 - b.1) alimentar un selector en zig-zag con una composición pulverulenta de cristales de manitol que presenta un diámetro medio aritmético comprendido entre 80 y 145 μm ,
 - b.2) ajustar el caudal de aire primario a fin de recuperar una fracción de composición pulverulenta de cristales de manitol que presenta un diámetro medio de 100 a 300 μm y una distribución granulométrica en volumen, determinada por granulometría láser, del 0,1 al 60% de partículas superiores a 250 μm .