

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 699 645**

51 Int. Cl.:

A23G 4/08 (2006.01)

A23P 10/20 (2006.01)

A23G 4/10 (2006.01)

A23L 29/30 (2006.01)

A23L 27/30 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.06.2015 PCT/IB2015/054259**

87 Fecha y número de publicación internacional: **10.12.2015 WO15186099**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.06.2015 E 15729242 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.10.2018 EP 3151677**

54 Título: **Composición en polvo de sorbitol y chicle que comprende esta composición**

30 Prioridad:

05.06.2014 BE 201400431

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

12.02.2019

73 Titular/es:

**TEREOS STARCH & SWEETENERS BELGIUM
(100.0%)
Burchtstraat 10
9300 Aalst, BE**

72 Inventor/es:

**BENSOUISSI, ABDELFATTAH y
CAMUEL, NADIA**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 699 645 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 en polvo de sorbitol y chicle que comprende esta composición

La presente invención se refiere a una composición en polvo de sorbitol de baja friabilidad o alta resistencia mecánica particularmente adaptada para la manipulación en condiciones de fuertes cizallamientos o impacto, así como al proceso de obtención de dicha composición en polvo. La invención también se refiere a un chicle que comprende dicha composición en polvo y al método de obtención de dicho chicle.

El sorbitol es ampliamente utilizado en la industria alimentaria. Se ha constatado que durante la manipulación del sorbitol las propiedades del polvo podían modificarse. De hecho, el ejercicio de esfuerzos o choques en las partículas puede causar su desmoronamiento o desestructuración y, por lo tanto, producir una importante creación de partículas finas. Este aporte indeseable de partículas finas modifica a la vez las características intrínsecas del polvo (granulometría más fina, mayor densidad, mayor superficie, etc.), el comportamiento del polvo durante su manipulación (mala fluidez, obstrucción de las tuberías durante el transporte neumático, asentamiento en silos y tolvas ...) y su almacenamiento (recuperación de agua más rápida, ganancia de masa, etc.).

Dicha degradación de los polvos puede observarse especialmente durante su transporte por transporte neumático que puede alcanzar una velocidad de 40 m/s o cuando se introducen en silos o tolvas ... Ahora bien, estas etapas son esenciales y pueden repetirse varias veces a lo largo de una línea de producción. Dicha evolución del polvo no es deseable ya que, por una parte, aumenta el riesgo de colmatación u obstrucción de las tuberías, de explosión, pero también porque el polvo que se usa finalmente ya no corresponde al deseado y de esta forma se reduce la productividad de las líneas de producción.

Más particularmente, determinados procedimientos tales como los relacionados con la obtención de chicles requieren el uso de una composición en polvo con una distribución de tamaño de partícula muy específica. Por lo tanto, el uso de una composición en polvo resistente a fuertes cizallamientos garantiza que la composición finalmente incorporada en el proceso de obtención del chicle corresponde a la deseada.

Las características de un polvo de sorbitol están relacionadas tanto con la composición del jarabe que se utilizó para su elaboración (pureza y tipo de impurezas) como con el método de cristalización utilizado para obtenerlo. Existen diversas técnicas de cristalización bien conocidas por los expertos en la técnica (Land.V., (2005) Industrial crystallization of melts c. M., Van't Land Processing Enschede the Netherlands). La composición del jarabe de sorbitol así como el método de cristalización utilizado darán a la composición en polvo sus características fisicoquímicas y, en particular, cierta estabilidad mecánica, una superficie específica, una densidad. Entre los métodos de cristalización los más ventajosos en el contexto de la invención, se pueden mencionar, por ejemplo, la extrusión, la aglomeración en disco, la granulación o la atomización, en particular descrita por la técnica anterior (patente europea EP 1 008 602, GB 1 481 846 (ROQUETTE FRERES), patente europea EP 1 413 567 (DHW DEUTSCHE HYDRIERWERKE GMBH).

El documento US 2013/0225874 describe un procedimiento de fabricación de un jarabe de sorbitol con un contenido de azúcar reductor total inferior o igual a 0,2% y un contenido de manitol inferior a 1% con un contenido de sólidos de 70% en peso.

Los chicles que contienen sorbitol en polvo se describen en los documentos US 3,973,041 y WO 88/06845 .

Con el fin de obtener una composición en polvo rica en sorbitol, que tenga mejor estabilidad, que se pueda usar en procesos de fuerte cizallamiento o en transporte neumático, la presente invención se refiere a una composición en polvo que presenta al menos un 96% de sorbitol/DS, una relación A de sorbitol/(manitol + arabitol) (p/p) comprendida entre 105 a 150 y/o un índice de estabilidad mecánica D(v,0,1) inferior a 60%, una densidad aparente de 630 a 700 g/l y preferentemente, una superficie específica comprendida entre 0,6 y 1,8 m²/g.

El "*contenido en sorbitol*" de la composición se mide en peso en seco. Preferentemente, la composición en polvo comprende un contenido de sorbitol superior a 96% (p/p) en peso seco, preferentemente superior a 96,5%; 97%; 97,5%; 97,8%; 98%; 98,2% o 98,5%. Más preferentemente, el contenido de sorbitol está entre 96 y 99,3%; más preferentemente entre 96,5 y 99,2% o 97,4% y 99% o 97,6 y 98,8%. Generalmente, el contenido de sorbitol está entre 98% y 98,5%. Por ejemplo, el contenido de sorbitol puede ser de alrededor del 98,2%. Los inventores han demostrado que en inferior al 96%/DS de pureza, el jarabe de sorbitol se vuelve difícil de cristalizar y no permite obtener la composición en polvo según la invención.

Por "*relación A*" o "*relación sorbitol/(manitol + arabitol)*" según la invención, se entiende la relación entre la concentración (p/p) (o el contenido) en sorbitol de la composición en polvo en la suma de concentraciones en arabitol y en manitol. Preferentemente, la composición en polvo según la invención comprende una relación A de sorbitol/(manitol + arabitol) comprendida entre 105 y 150, preferentemente de 110 a 149, más preferentemente de 115 a 148, aún más preferentemente de 116 a 147, de 117 a 146, 118 a 145, 120 a 144, 121 a 143, 122 a 142, 122,2 a 141 o 121 a 130. Dicha relación permite modular la cristalización de tal modo que la forma y la organización de las partículas de la composición en polvo, por ejemplo los aglomerados de cristales, confiere una mejor resistencia a los choques mecánicos, así como a las fuerzas de cizallamiento.

La medida de la concentración de estos compuestos se efectúa por HPLC, una técnica bien conocida por los expertos en la técnica, más concretamente según el método ISO 10504: 2013. Esta relación es indicativa de la proporción de la mezcla de manitol y arabitol en el jarabe de sorbitol. Los inventores han constatado que esta relación confiere características de estabilidad al polvo sin influir negativamente en la cristalización del sorbitol. De hecho, es probable que una cantidad demasiado alta de manitol y/o arabitol en el jarabe de sorbitol reduzca fuertemente la cristalización del sorbitol y, por lo tanto, reduzca la calidad del polvo obtenido. A la inversa, una cantidad reducida de manitol y/o arabitol conduce a la producción de un polvo con una menor resistencia a los choques mecánicos.

Por "*superficie específica*" según la presente invención se entiende la medida descrita en la Farmacopea Europea 6.0 n° 01/2008: 20926 pág. 306 y en el artículo "BET Surface Area by Nitrogen Absorption" de S. BRUNAUER *et al.* (*Journal of American Chemical Society*, 60, 309, 1938). La superficie específica B.E.T. se puede determinar mediante un analizador de superficie específica de tipo Micrometrics basado en una prueba de absorción del nitrógeno en la superficie del producto sometido a análisis. Cuando se mide la SSA, las muestras se someten a una etapa previa de desgasificación al vacío a 42°C durante 32 horas. Preferentemente, la composición en polvo según la invención comprende una superficie específica comprendida entre 0,6 y 1,8 m²/g, preferentemente entre 0,65 y 1,5; 0,68 y 1,4; 0,7 y 1,35; 0,75 y 1,3; 0,8 y 1,25; y más preferentemente entre 0,82 y 1,2 m²/g.

La superficie específica de una composición en polvo refleja tanto la superficie exterior de las partículas como la superficie de los poros en el seno mismo de las partículas. Así, para una masa dada de polvo cuanto más finas y porosas son las partículas, mayor es la superficie específica. A la inversa, cuanto más densas son las partículas, menor es la superficie específica. Así, menor superficie específica de la composición en polvo según la invención también permite aumentar la resistencia de las partículas de la composición a los impactos.

Por "*densidad aparente*" se entiende la densidad medida según el método descrito en la Farmacopea Europea 6.0 n° 01/2008: 20915 pág. 285. Más concretamente, la medición de la densidad aparente se realiza utilizando una máquina de tipo ERWEKA (ERWEKA GmbH). La densidad aparente se puede medir, por ejemplo, introduciendo en una probeta graduada de vidrio (Volumen = 250 ml) una determinada masa de composición en polvo hasta obtener un volumen de polvo igual a 250 ml. La composición en polvo se introduce de tal manera que no se obtiene compactación durante el llenado. Para esto, el llenado se realiza de manera progresiva con una espátula y un embudo mantenido a 6 cm del límite superior de la probeta. La densidad aparente se deduce entonces a partir de la diferencia de masa de la probeta antes y después del llenado según la fórmula siguiente: Densidad aparente (g/l) = ((masa de la probeta + muestra) – (masa de la probeta vacía)) × 4.

La composición en polvo según la invención tiene una densidad aparente de 630 a 700 (g/l), preferentemente de 640 a 690; 650 a 680 o 655 a 675g/l.

La densidad aparente en general depende esencialmente de la morfología de los cristales, del estado de disposición de los cristales dentro de las partículas (porosidad), pero también del estado de disposición espacial de las partículas (cohesión), estando formadas las partículas por aglomerados de cristales. Todas estas características dependen de parámetros de realización de la cristalización del sorbitol y, más exactamente, de la calidad del jarabe utilizado para desarrollar la composición del polvo (pureza y tipo de impurezas).

Por "*densidad de compactación*" se entiende la medida de la densidad después del asentamiento de un polvo como se describe en la Farmacopea Europea 6.0 n° 01/2008: 20915 pág. 285. Generalmente, la medición de la densidad de compactación se puede realizar de la misma manera que la densidad aparente, pero la lectura del volumen se efectúa en la probeta después de 500 golpes consecutivos aplicados al polvo. La densidad de compactación se puede calcular según la fórmula siguiente: Densidad de compactación (g/l) = ((masa de la probeta (g) + muestra (g)) - (masa de la probeta vacía (g))) × 1000 / Volumen ocupado por el polvo después del asentamiento expresado en mililitros. La composición según la invención tiene una densidad de compactación de 650 a 730 (g/l), 660 a 725; 670 a 720; 675 a 710 o 680 a 705g/l.

La densidad de compactación generalmente refleja el cambio en la disposición espacial de las partículas de la composición en polvo cuando ésta está sometida a una tensión del golpeteo. De este modo, refleja la resistencia de los cristales a la fuerza ejercida por su propio peso combinada con la presión ejercida. Esta resistencia depende de la cohesión y morfología de los cristales.

La densidad de compactación, así como la densidad aparente, dependen de la cristalización del sorbitol y, más exactamente, de la calidad del jarabe utilizado para elaborar la composición en polvo (pureza y tipo de impurezas).

La composición en polvo según la invención presenta una granulometría media (descrito por D(v, 0,5)) de 100 a 400 micras, preferentemente entre 150 y 380 micras, más preferentemente entre 120 y 360 micras, generalmente, la granulometría media de la composición en polvo está entre 150 y 350 micras o entre 180 y 220 micras.

Generalmente, la composición en polvo según la invención está compuesta por aglomerados de cristales, obtenidos preferentemente por cristalización y granulación, en particular por extrusión, aglomeración en disco, granulación continua o atomización.

ES 2 699 645 T3

La medición de la granulometría media se lleva a cabo preferentemente por tamizado utilizando métodos tales como ALIPINE y/o RETSCH.

De manera favorable, la composición en polvo según la invención tiene la siguiente distribución de tamaño de partículas:

- 5 - de 0 a 2,3% en peso, de partículas > 400 micras, preferentemente de partículas comprendidas entre 400 y 600 micras,
- de 34,8 a 54,9% en peso, de partículas comprendidas entre 250 y 400 micras,
- de 42,7 a 57,9% en peso, de partículas comprendidas entre 100 y 250 micras,
- de 1,4 a 8,0% en peso, de partículas comprendidas entre 75 y 100 micras, y
- 10 - de 0,5 a 4,8% en peso, de partículas < 75 micras, siendo la suma de las diferentes fracciones el 100% en peso.

Estas características de la distribución granulométrica combinadas con las de la resistencia del polvo al cizallamiento hacen que estos polvos sean particularmente adecuados para su aplicación en la fabricación del chicle.

Preferentemente, la composición en polvo según la invención tiene la siguiente distribución de tamaño de partículas:

- 15 - de 0 a 1% en peso, de partículas > 400 micras, preferentemente de partículas comprendidas entre 400 y 600 micras,
- de 40 a 45% en peso, de partículas comprendidas entre 250 y 400 micras,
- de 48 a 53% en peso, de partículas comprendidas entre 100 y 250 micras,
- de 3,5 a 8% en peso, de partículas comprendidas entre 75 y 100 micras, y
- 20 - de 0,5 a 2,5% en peso, de partículas < 75 micras, siendo la suma de las diferentes fracciones el 100% en peso.

El análisis de la distribución granulométrica se puede realizar mediante diferentes técnicas como ALIPINE y/o RETSCH.

La medición de la distribución del tamaño de partículas se efectúa preferentemente por el método RETSCH según el método descrito en la Farmacopea Europea 6.0 n° 01/2008: 20938 pág. 325.

- 25 Más especialmente, la distribución granulométrica del polvo según la invención puede medirse con ayuda de una tamizadora RETSCH, modelo AS200 referencia 'g' según las recomendaciones del fabricante. La utilización de este equipo Retsch para realizar estos análisis está bien documentada por el constructor y en la bibliografía.

30 Generalmente, los polvos de sorbitol se pueden caracterizar de la siguiente manera: A 100 g de cada uno de los polvos se les añade 1 g de agente de fluidez "Free flowing agent", como la sílice (SIPERNAT® 22 S). La masa homogeneizada se tamiza en dicho equipo con una amplitud de oscilación de 1,5 mm durante 10 minutos. Los diferentes tamices utilizados (400, 250, 100 y 75 micras) según este método están certificados (ISO 3310-1). Cada tamiz se pesa a continuación a fin de medir el peso de cada una de las fracciones granulométricas y calcular una distribución granulométrica en porcentajes. Para el pesaje de los diferentes tamices, antes y después del tamizado, se utiliza una balanza de precisión (0,1 g).

35 La distribución granulométrica influye directamente en la fluidez de la composición en polvo. En general, un alto porcentaje de finos es desfavorable a la fluidez de la composición en polvo por el hecho de que los finos se intercalan entre las partículas grandes y constituyen puentes que se oponen al deslizamiento de las partículas gruesas.

40 La composición en polvo según la invención tiene una muy buena estabilidad mecánica. Según la presente invención, la estabilidad mecánica se evalúa mediante un índice denominado "Índice de estabilidad mecánica (ISM)". Este índice expresado en% representa la variación de $D(v,0,1)$ cuando la composición en polvo de sorbitol se somete a una prueba de impacto.

Por $D(v,0,1)$ se entiende el diámetro máximo de las partículas finas que ocupan el 10% del volumen total del polvo.

Por "ISM" o " $ISM_{D(v,0,1)}$ " se entiende la fracción calculada de la siguiente manera:

$$ISM = \frac{(D(v, 0, 1)_a - D(v, 0, 1)_b) \times 100}{D(v, 0, 1)_a}$$

45

en la que $D(v,0,1)b$ corresponde a la $D(v,0,1)$ de dicha composición en polvo medida después de una prueba de impacto que comprende tres ciclos de pulverización de dicha composición en polvo a 20 m/s sobre una superficie lisa no deformable y $D(v,0,1)a$ corresponde a la $D(v,0,1)$ de dicha composición en polvo medida antes de la prueba de impacto.

- 5 El ISM refleja la tasa de rotura de partículas después de la prueba de impacto. Por lo tanto, cuanto más alto es el ISM, más frágil mecánicamente es el polvo.

Las fracciones correspondientes a las tasas de rotura de partículas de la fracción de partículas correspondientes a la $D(v,0,5)$ y la $D(v,0,9)$ también se pueden medir, pero son menos representativas de las características del polvo que las calculadas en función de la $D(v,0,1)$.

- 10 La elección de $D(v,0,1)$ para calcular el ISM es particularmente pertinente en la medida en que refleja la fracción fina de la composición del polvo. Esta fracción de la composición en polvo representa la fracción más afectada durante la ruptura de las partículas durante la prueba de impacto. Por lo tanto, durante la ruptura de las partículas, la proporción de partículas más finas variará (y en particular aumentará) más significativamente que las demás fracciones de la composición en polvo (que disminuirán), las partículas más grandes se descomponen en dos o más partículas finas. Además, el aumento en la representatividad de la fracción fina de la composición en polvo provoca modificaciones en las características del polvo (densidad, superficie específica, fluidez) pero también muchos problemas, como la aglutinación de la composición durante el almacenamiento, la reactivación rápida en agua, el aumento del riesgo de explosión, las pérdidas significativas de materiales en el taller, el riesgo de Inhalación para operadores... etc. Generalmente, la composición en polvo según la invención tiene un ISM $D(v,0,1)$ inferior al 60%, preferentemente inferior al 58%, 56%, 55%, 53% 52%, 50%. Preferentemente, la composición en polvo según la invención presenta un ISM comprendido entre 60 y 20%, preferentemente entre 55 y 25; 53 y 30%; 52 y 35%; 50 y 40%.

- 25 A título indicativo, el cálculo de la estabilidad de un polvo evaluado a partir de la $D(v,0,5)$ ($ISM_{D(v,0,5)}$) o de la $D(v,0,9)$ ($ISM_{D(v,0,9)}$) puede llevarse a cabo a partir de las distribuciones granulométricas acumuladas siguiendo el mismo planteamiento que el utilizado para evaluar el $ISM_{D(v,0,1)}$.

$$ISM_{D(v,0,5)} = \frac{(D(v,0,5)a - D(v,0,5)b) \times 100}{D(v,0,5)a}$$

Siendo

$D(v,0,5)a$ correspondiente a la $D(v,0,5)$ antes de la prueba de impacto y

$D(v,0,5)b$ correspondiente a la $D(v,0,5)$ después de la prueba de impacto

$$ISM_{D(v,0,9)} = \frac{(D(v,0,9)a - D(v,0,9)b) \times 100}{D(v,0,9)a}$$

30

Siendo

$D(v,0,9)a$ correspondiente a la $D(v,0,9)$ antes de la prueba de impacto y

$D(v,0,9)b$ correspondiente a la $D(v,0,9)$ después de la prueba de impacto

- 35 Por lo tanto, dicho cálculo para la composición según la invención permite obtener valores de un $ISM_{D(v,0,5)}$ inferiores al 20%, preferentemente inferior al 18%; 17,5%; 16% o 16,5%. Preferentemente, la composición en polvo según la invención tiene un $ISM_{D(v,0,5)}$ comprendido entre 20 y 5%, preferentemente entre 18 y 7%; 17,5 y 8%; 16 y 9%; o entre 16,5 y 10%. La composición en polvo según la invención tiene un $ISM_{D(v,0,9)}$ inferior al 13%, preferentemente inferior al 12,5%; 12%; 11,9 o 11,8%. Preferentemente, la composición en polvo según la invención tiene un $ISM_{D(v,0,9)}$ comprendido entre 13 y 5%, preferentemente entre 12,5 y 5%; 12 y 6%; 11,9 y 6,5%; o entre 11,8 y 7%.

- 40 Favorablemente, la composición según la invención presenta un $ISM_{D(v,0,1)}$ inferior al 60% y un $ISM_{D(v,0,9)}$ inferior al 13% o un $ISM_{D(v,0,1)}$ inferior al 60%, y un $ISM_{D(v,0,9)}$ inferior al 12,5%, o un $ISM_{D(v,0,1)}$ inferior al 56%, y un $ISM_{D(v,0,9)}$ inferior al 13%, o un $ISM_{D(v,0,1)}$ inferior al 55% y un $ISM_{D(v,0,9)}$ inferior al 12%, o un $ISM_{D(v,0,1)}$ inferior al 60%, un $ISM_{D(v,0,5)}$ inferior al 20% y un $ISM_{D(v,0,9)}$ inferior al 13%, o un $ISM_{D(v,0,1)}$ inferior al 58%, un $ISM_{D(v,0,5)}$ inferior al 18% y un $ISM_{D(v,0,9)}$ inferior al 13%, o un $ISM_{D(v,0,1)}$ inferior al 55%, un $ISM_{D(v,0,5)}$ inferior al 18% y un $ISM_{D(v,0,9)}$ inferior al 13%, o un $ISM_{D(v,0,1)}$ inferior al 55%, un $ISM_{D(v,0,5)}$ inferior al 17% y un $ISM_{D(v,0,9)}$ inferior al 13%.

- 45 Favorablemente, la composición según la invención presenta un $ISM_{D(v,0,1)}$ comprendido entre 60 y 20%, y un $ISM_{D(v,0,9)}$ comprendido entre 13 y 5% o un $ISM_{D(v,0,1)}$ entre 60 y 20%, y un $ISM_{D(v,0,9)}$ entre 12,5 y 5%, o un $ISM_{D(v,0,1)}$ inferior al 56%, y un $ISM_{D(v,0,9)}$ comprendido entre 13 y 5%, o un $ISM_{D(v,0,1)}$ inferior a al 55%, y un $ISM_{D(v,0,9)}$

comprendido entre 12 y 6%, o un $ISM_{D(v,0,1)}$ comprendido entre 60 y 20%, un $ISM_{D(v,0,5)}$ comprendido entre 20 y 5% y un $ISM_{D(v,0,9)}$ comprendido entre 13 y 5%, o un $ISM_{D(v,0,1)}$ comprendido entre 58 y 20%, un $ISM_{D(v,0,5)}$ comprendido entre 18 y 7% y un $ISM_{D(v,0,9)}$ comprendido entre 13 y 5% o un $ISM_{D(v,0,1)}$ entre 55 y 20%, un $ISM_{D(v,0,5)}$ comprendido entre 18 y 7% y un $ISM_{D(v,0,9)}$ comprendido entre 13 y 5%, o un $ISM_{D(v,0,1)}$ comprendido entre 55 y 20%, un $ISM_{D(v,0,5)}$ comprendido entre 17,5 y 7% y un $ISM_{D(v,0,9)}$ comprendido entre 13 y 5%.

No obstante, se prefieren los valores de $ISM_{D(v,0,1)}$ porque son más representativos de la estabilidad de una composición en polvo.

La técnica anterior describe diferentes métodos para medir la friabilidad de un polvo que no son pertinentes para caracterizar la estabilidad del polvo durante su manipulación. Por ejemplo la patente EP 0 645 096 describe un método para medir la friabilidad de las composiciones en polvo de sorbitol que consiste en poner una masa de polvo dada en presencia de bolas metálicas en un tambor giratorio. La composición en polvo obtenida se tamiza a continuación a través de un tamiz de 100 μm y se determina la proporción en peso representada por el residuo retenido. Ahora bien, las bolas metálicas ejercerán fuerzas de compresión sobre las partículas de la composición que no se observan generalmente en la manipulación o durante la transferencia de polvos, pero se encuentran en los molinos de bolas. Dichos métodos se describen en la técnica anterior como menos severos para polvos de granulometrías finas (documento US 5.573.777), por lo tanto, no parecen adecuados para el análisis de polvo de amplio espectro granulométrico.

La prueba de impacto es especialmente pertinente en la evaluación de la estabilidad mecánica de un polvo, ya que es muy representativa de las fuerzas ejercidas sobre las partículas de la composición en polvo durante su manipulación en general y más particularmente durante el transporte neumático industrial que se utiliza ampliamente o la carga de composiciones en polvos en silos u otros. Generalmente, según la presente invención, por prueba de impacto se entiende una prueba de tres ciclos de proyección de la composición en polvo según la invención a 20 m/s en una superficie lisa no deformable.

La prueba de impacto se realiza mediante la proyección de la composición de polvo utilizando un chorro de aire en un objetivo, preferiblemente se realizan tres ciclos de impacto. La velocidad del impacto, la inclinación del objetivo y la velocidad de alimentación del polvo se pueden ajustar según el deseo del manipulador. Preferentemente, la velocidad de proyección de la composición en polvo es de 20 m/s.

Dicha prueba de impacto es conocida por los expertos en la técnica, el esquema de principio de esta máquina se describe en particular en el artículo "Mise en Oeuvre des Poudres Granulation Humide: bases et théorie" de S. KHASHAYAR y P. GUIGON (Techniques de l'Ingénieur Opérations Unitaires: Tri et Traitement des Liquides et des Solides, ref. artículo: j2253, 2014), URL = <http://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/procedes-chimie-bio-agro-th2/operations-unitaires-tri-et-traitement-des-liquides-et-des-solides-42446210/mise-en-oeuvre-des-poudres-j2253/>.

A título indicativo, la instalación comprende:

- 35 - una unidad de alimentación continua del polvo (tolva vibrante provista de un sistema de seguimiento de la masa a lo largo del tiempo),
- un circuito neumático de aceleración y proyección hacia el objetivo. Dicho circuito es conocido por los expertos en la técnica. Por ejemplo, un circuito adecuado para acelerar y transportar la composición en polvo según la invención a un objetivo se describe en el artículo "Experimental Investigations on Single Plate Fluid Energy Milling" por K. LECHSONSKI y U. MENZEL (Proceedings of First World Conference on Particles Technology, vol. 2, 1988, 297-323). A modo de indicación, se pueden utilizar tubos con un diámetro interno de 0,6 cm para transportar las partículas a la boquilla. El caudal de alimentación así como la velocidad de proyección pueden ser variables y controlados por ordenador. A modo de indicación, un caudal de alimentación de sorbitol en polvo adecuado puede ser de 1 g/s. Normalmente, una velocidad de proyección adecuada es, por ejemplo, 20 m/s.
- 40 - Una cámara de impacto provista de un objetivo. Los expertos en la técnica pueden adaptar fácilmente las características de forma y dimensión de la cámara de impacto. Por ejemplo, una cámara con dimensiones de 15 × 15 × 15 cm es particularmente adecuada. La distancia recorrida por las partículas entre la boquilla de aceleración y el objetivo puede variar en función de la velocidad de impacto deseada. Por lo general, una distancia de un metro permite llevar a cabo la prueba de impacto. El objetivo puede ser de tipo basculante, de manera que permita, por ejemplo, una inclinación de 45°. A modo de indicación, un objetivo adecuado para esta prueba es un objetivo de un material no deformable, como un polímero o un metal. Por ejemplo, el objetivo puede ser de hierro, aluminio o acero, como un acero pulido. Los expertos en la técnica pueden obtener fácilmente las características de forma y dimensión del objetivo. El objetivo puede ser de cualquier forma, por ejemplo, circular y de tamaño suficiente para permitir la proyección del polvo pulverulento. Normalmente, un objetivo con un diámetro de 6 cm puede realizar la prueba de impacto.
- 50 - puede preverse un sistema de separación gas-sólido, como por ejemplo mediante la utilización de un filtro.

La composición en polvo se recupera después del impacto para ser analizada. Preferentemente, se pueden realizar

varios ciclos de impacto. Generalmente, se realizan 3 ciclos de impacto.

El análisis de las partículas después de la prueba de impacto se puede realizar por láser de granulometría, según el método descrito en la Farmacopea Europea 6.0 nº 01/2008: 20931 pág. 311. Por ejemplo, utilizando un dispositivo tipo Mastersizer (Modelo: Meyvis MZ63). Para obtener los resultados más fiables posibles, se recomienda una dispersión previa del polvo en un disolvente adecuado que no provoque la disolución de las partículas ni su aglomeración. Por ejemplo, se puede usar un aceite de girasol que no contenga trazas de agua.

La invención también se refiere a un procedimiento para preparar una composición en polvo que comprende:

- una etapa de cristalización de un jarabe de sorbitol que comprende una relación A sorbitol/(manitol + arabitol) comprendida entre 105 a 150, preferentemente de 110 a 149 o 110 y 145
- una etapa de granulación del polvo obtenido por vía húmeda con la ayuda de un aglutinante, preferentemente el aglutinante es un jarabe de sorbitol, preferentemente un jarabe de sorbitol que comprende una relación A sorbitol/(manitol + arabitol) comprendida entre 105 a 150, preferentemente 110 a 149 o 110 y 145 y
- una etapa de maduración, por secado, de la composición granulada así obtenida,
- opcionalmente, una etapa de enfriamiento de la composición granulada obtenida preferentemente a una temperatura inferior a 10°C, preferentemente entre 10 y -10°C, más preferentemente entre 8 y -8°C, generalmente entre 5 y -5°C.

Generalmente, las etapas de cristalización y granulación se llevan a cabo simultáneamente, preferentemente, por atomización, extrusión, granulación o aglomeración en disco. Por ejemplo, la etapa de cristalización y/o granulación se lleva a cabo en un mezclador-granulador continuo, una torre de atomización, un extrusor o un recipiente rotatorio abierto (llamado disco).

Favorablemente, las etapas de cristalización y/o granulación se llevan a cabo pulverizando un aglutinante que puede ser agua o un jarabe de sorbitol que presenta una relación A comprendida entre 105 y 150 sobre una composición en polvo de sorbitol en movimiento. Dicha composición en polvo de sorbitol se pone en movimiento por agitación o en una corriente de aire. Generalmente, dicho jarabe de sorbitol tiene un contenido de sólidos comprendido entre 65 y 99,9%, preferentemente comprendido entre 70 y 99,8%, generalmente entre 99,5 y 99,8%. Preferentemente, dicha composición en polvo también presenta una relación A comprendida entre 105 y 150°C. La composición en polvo de sorbitol que sirve de cebo para la cristalización al comienzo del proceso y luego los cristales obtenidos se granulan durante y al final del proceso.

Según una realización, las etapas de cristalización y granulación se llevan a cabo dentro de un recipiente rotatorio abierto, con un eje de rotación inclinado opcionalmente de 25 a 60° con respecto a la horizontal. Favorablemente, la velocidad de rotación del recipiente es de 5 a 30 revoluciones por minuto (rpm). Generalmente, dicho jarabe de sorbitol se pulveriza sobre un lecho de polvo de sorbitol puesto en movimiento por rotación del recipiente. Dicho jarabe presenta una materia seca superior al 90%, preferiblemente superior al 99%, generalmente comprendida entre 99,5 y 99,8%. La temperatura se mantiene entre 90°C y 95°C en el recipiente. La proporción de jarabe de sorbitol / composición en polvo (masa/masa) es de aproximadamente 1:1 a 1:30.

Según otra realización, las etapas de cristalización y/o granulación se llevan a cabo en un mezclador-granulador continuo. Generalmente, el mezclador-granulador está equipado con un eje con cuchillas dispuestas en palas y un sistema de pulverización de líquidos por medio de boquillas de inyección. A modo de indicación, dichos mezcladores granuladores son, por ejemplo, del tipo FLEXOMIX vertical comercializado por HOSOKAWA SCHUGI, o del tipo CB horizontal comercializado por LÖDIGE o del tipo TURBOCRYSTALLIZER comercializado por VOMM IMPIANTI E PROCESSI S.R.L. La composición en polvo de sorbitol así como el jarabe de sorbitol se introduce continuamente y la composición granulada obtenida se descarga en continuo preferentemente en un secador para la etapa de maduración. Generalmente, el mezclador-granulador es alimentado por un flujo de composición en polvo de sorbitol y de jarabe de sorbitol con una proporción de jarabe de sorbitol / composición en polvo (masa / masa) 1:3 a 2:1, preferentemente 1:1,5 a 1:1. Además, el jarabe de sorbitol tiene un contenido de materias secas de 97 a 99,9%, normalmente entre 99,5 y 99,8%. Favorablemente, el jarabe de sorbitol se pulveriza a una temperatura de 110°C. El eje de la cuchilla del granulador se hace girar a una velocidad de 400 a 3.000 rpm, alrededor de 700 rpm a 1.500 rpm. La pared interna está termostata a una temperatura entre -15°C y 5°C. Con un tiempo de residencia promedio de 30 segundos, el sorbitol cristalizado granulado se descarga en continuo a una temperatura de aproximadamente 55°C.

Según otra realización, las etapas de cristalización y granulación se llevan a cabo en una torre de atomización, por ejemplo, una torre del tipo MSD (Secador de múltiples etapas). Generalmente, el polvo de sorbitol se introduce en la torre y se pulveriza un jarabe de sorbitol con 65 a 80% de materias secas sobre el polvo de sorbitol. La proporción de jarabe de sorbitol / composición en polvo (masa/masa) es de aproximadamente 1:1 a 1:4. Por ejemplo, la torre se alimenta con un caudal de jarabe de sorbitol del orden de 300 kg/h con polvo de sorbitol a un caudal comprendido entre 350 y 800 kg / h.

Dependiendo de la torre de atomización seleccionada, los expertos en la técnica podrán determinar las temperaturas según los flujos de aire. Normalmente, la temperatura del aire de alimentación de la torre está comprendida entre 100 y 150°C, y la temperatura del lecho estático en un valor comprendido entre 60 y 80°C.

5 Según otra realización, las etapas de cristalización y granulación se llevan a cabo por extrusión. Normalmente, las etapas de cristalización y granulación se llevan a cabo en un extrusor que comprende varios manguitos equipados con sistemas de enfriamiento y que delimitan tres zonas. El jarabe de sorbitol se introduce en la primera zona y se mantiene a una temperatura preferentemente superior a 80°C, generalmente entre 85-95°C. Favorablemente, la composición pulverulenta se introduce en la segunda zona, la mezcla se mantiene preferentemente a una temperatura entre 75 y 90°C. En la tercera zona, la temperatura de la mezcla se reduce preferentemente a una temperatura de aproximadamente 70 a 80°C a la boquilla de extrusión.

El tornillo del extrusor se mantiene preferentemente a 40-60 rpm. El extrusor es preferentemente un extrusor con dos tornillos. Generalmente, el caudal del jarabe de sorbitol es preferentemente de 20-40 kg/h, el tiempo de residencia del jarabe de sorbitol es de aproximadamente 1 a 2 minutos.

15 Favorablemente, dicha solución de sorbitol tiene 85 a 99,9% de materias secas, preferentemente, 95 a 98% de MS. La proporción de jarabe de sorbitol/composición en polvo de sorbitol es de 2:1 a 1:1.

Según el procedimiento de la invención, la etapa de maduración comprende una puesta en movimiento de los granúlos obtenidos a una temperatura comprendida entre 50 y 90°C durante 0,5 a 7 horas, generalmente entre 3 y 5 horas. Por ejemplo, la etapa de maduración puede reducirse a menos de una hora en el caso de la extrusión o de aproximadamente 2 a 4 horas en el caso de la atomización, granulación continua o aglomeración en disco.

20 La etapa de maduración tiene como objetivo reducir la humedad del producto y producir la recristalización de polimorfos de sorbitol inestables en polimorfos estables.

Generalmente, el procedimiento según la invención comprende una etapa de trituración y/o tamizado. Los procedimientos de molienda y tamizado son bien conocidos por los expertos en la técnica. Generalmente, la etapa de tamizado se lleva a cabo preferentemente de manera sucesiva sobre tamices de 800 y 400 micras, preferentemente tamices de tipo industrial continuo. Dichos tamices son conocidos por los expertos en la técnica. Opcionalmente, las partículas retenidas en los tamices se Trituran de nuevo y luego se tamizan para obtener la distribución granulométrica según la invención. Generalmente, el molino utilizado puede ser a pala, de martillo o husillo. Los tamices utilizados pueden ser centrífugos o vibrantes. El procedimiento según la invención comprende opcionalmente una etapa de eliminación de partículas finas preferentemente, por lecho fluidizado y/o por clasificación (clasificador zig-zag o tipo VENTOPLEX® comercializados por HOSOKAWA ALPINE).

35 La etapa de enfriamiento de la composición en polvo es especialmente ventajosa porque facilita la molienda evitando el ensuciamiento de la trituradora y la utilización de restricciones al moliendas excesiva que puede generar cantidades considerables de partículas finas y por consiguiente el ensuciamiento del taller. Esta etapa de enfriamiento es particularmente ventajosa para obtener después de moler y tamizar un polvo que tiene la distribución del tamaño de partícula según la invención. Generalmente tales etapa de enfriamiento se lleva a cabo por un refrigerador, por ejemplo, un refrigerador vertical de placas vibrantes adecuados para materias sólidas a granel tales enfriadores son conocidos por los expertos en la técnica. Ventajosamente, las etapas de molienda, despolvado y tamizado se realizan con aire que tiene una humedad absoluta entre 3 y 5 g de humedad por kg de aire.

40 La invención se refiere también a un chicle que comprende 2 a 85% (p/p) de la composición en polvo según la invención.

Por "*chicle*" se entiende una composición que comprende una parte insoluble en agua o saliva que constituida por la goma base y una parte soluble que comprende al menos un poliol o una mezcla de polioles entre los que se encuentra la composición en polvo según la invención. Más particularmente, por chicle se entiende una composición que comprende una base de goma, un agente de carga tal como un edulcorante o un poliol (o alcohol de azúcar), por ejemplo, seleccionado entre sorbitol, maltitol, xilitol o su mezcla, al menos un agente plastificante en particular seleccionado entre un jarabe de poliol, glicerina, lecitina o su mezcla, y al menos un saborizante. Preferentemente, el chicle comprende una goma base y la composición en polvo según la invención.

50 Diferentes fórmulas de chicles así como su método de obtención se describen ampliamente en la técnica anterior y, en particular, en "Formulation and Production of Chewing and Bubble Gum" por Fritz, Douglas pág.142. En general, los chicles se obtienen por adición sucesiva de los diversos ingredientes del chicle (~ 15-20 minutos) en un mezclador del mercado bien conocido por los expertos en la técnica, por ejemplo, un mezclador de doble capa que permite un control fino de la temperatura para permitir una flexibilización de la goma base y una regulación de la temperatura de la masa de chicle, por ejemplo a 50°C durante el proceso de obtención del chicle.

55 Más particularmente, se entiende por "*composición de chicle*" una composición que comprende una goma base y opcionalmente un agente de carga tal como un edulcorante o un poliol (o alcohol de azúcar) seleccionado entre sorbitol, maltitol, xilitol, lactitol, eritritol, isomalta o una de sus mezclas, al menos un agente plastificante seleccionado especialmente entre un jarabe de poliol, glicerina, lecitina o una de sus mezclas, y al menos un saborizante. El chicle

puede comprender además, un edulcorante intenso especialmente seleccionado entre aspartamo, acesulfamo, taumatina, sacarina o ciclamato.

Por "agente de carga" se entiende un edulcorante tal como D-glucosa, sacarosa, sucralosa o un poliol, preferentemente una mezcla de polioles tales como sorbitol y xilitol, sorbitol y manitol o sorbitol y manitol.

5 Preferentemente, el chicle no tiene azúcar.

La invención también se refiere a un método para producir un chicle que comprende las etapas siguientes consistentes en

- obtener una goma base
- mezclar la goma base con una composición en polvo según la invención,

10 - opcionalmente, agregar cualquiera de los elementos seleccionados entre un plastificante, una carga, un aromatizante y una de sus mezclas.

La invención también se refiere al chicle obtenido directamente mediante la realización de este procedimiento.

Aunque tienen significados distintos, las expresiones "que comprende", "que contiene", "que comporta" y "que consiste en" se han empleado indistintamente en la descripción de la invención, y pueden sustituirse una por otra.

15 Otras características, aspectos, objetos y ventajas de la presente invención se harán aún más evidentes al leer la descripción y los ejemplos siguientes.

Ejemplo 1: elaboración de polvos y composición química.

20 Las soluciones de sorbitol se obtienen por hidrogenación de jarabes de dextrosa que contienen más de 99% de dextrosa, 0,1 a 0,4% de fructosa y 0,3 a 0,5% de disacáridos. La hidrogenación se lleva a cabo por lotes según las condiciones descritas en la referencia Roland Albert *et al.*, *Chem. Ing. Tech.* 52 (1980) n° 7 S. 582-587. La reacción se interrumpe cuando la tasa de conversión alcanza el 99,8%.

Los jarabes obtenidos por hidrogenación se analizan por HPLC a fin de determinar su composición según el método ISO 10504: 2013. El análisis de HPLC se lleva a cabo utilizando soluciones diluidas al 10% masa:masa de solución según las condiciones siguientes:

- 25 • Eluyente: agua purificada desgasificada y filtrada con membrana de 0,22 µm
- Columna: forma de Ca⁺⁺, tipo HPX, 87C (Biorad cat. n° 125-0095)
- Detector: refractometría diferencial
- Temperatura de separación: 80-85 ° C
- Volumen inyectado: 10 µl
- 30 • Caudal de elución: 0,5 ml/min

HPLC (SHIMADZU) se calibra previamente según las recomendaciones del proveedor con soluciones patrones de muy alta pureza (SIGMA ALDRICH). El cálculo de la concentración mediante la utilización de HPLC se realiza según el método ISO 10504: 2013. Más específicamente, este cálculo de concentración de cada compuesto tiene en cuenta los factores de corrección específicos de los diversos compuestos presentes en la muestra, así como el área de cada pico presente en el cromatograma.

La concentración de diferentes compuestos «i» expresado en %

$$= \frac{KFi \times area_i \times 100}{\sum_{i=1}^n (KFi \times area_i)}$$

Con: KFi = factor de corrección para cada compuesto i

Área i = área del pico correspondiente al compuesto i

40 Una vez que se han realizado las diversas mediciones, se calcula la proporción de sorbitol/(manitol + arabitol) para cada jarabe de sorbitol obtenido. A fin de determinar el efecto de la relación de sorbitol/(manitol + arabitol) en el polvo obtenido, se preparan diferentes jarabes que tienen materias secas de aproximadamente 70% y que comprenden relaciones de sorbitol/(manitol + arabitol) diferentes:

- Solución 1 (Sol 1) : $R_{Sol\ 1} = 129,1$
- Solución 2 (Sol 2) : $R_{Sol\ 2} = 122,7$
- Solución 3 (Sol 3) : $R_{Sol\ 3} = 140,3$

5 Las composiciones en polvo que tienen relaciones (R) diferentes de Sorbitol/(Manitol + Arabitol) se obtuvieron por aglomeración en disco como se describe en la solicitud de patente GB1481846 (ROQUETTE FRERES SA). Más particularmente, las soluciones Sol 1, Sol 2 y Sol 3 se han introducido en una planta de evaporación. Cuando se introduce la cantidad necesaria de solución de sorbitol en la planta, la temperatura aumenta gradualmente hasta 125°C y la presión disminuye por debajo de 20 mm Hg. Al cabo de dos horas de evaporación, se obtiene sorbitol fundido que tiene un contenido de materia seca de 99,8%. El sorbitol fundido se coloca posteriormente en un tanque de almacenamiento antes de ser bombeado y pulverizado en forma de glóbulos con diámetros inferiores a 0,1 mm por medio de una boquilla de pulverización adecuada (diámetro = 0,4 mm) en una cámara cilíndrica, inclinada y en rotación llamada "disco" o tambor giratorio (diámetro = 3,6 m, altura = 1,2 m, inclinación = 30° con respecto a la horizontal). La presión utilizada para bombear el sorbitol fundido a la boquilla es igual a 3,5 Kg/cm². Simultáneamente con esta dispersión de sorbitol fundido, se proporciona una cantidad equivalente de sorbitol cristalino. El disco gira a una velocidad de 7 rotaciones por minuto y esto permite obtener gránulos de diámetro igual a 4 mm. El disco está equipado con una cuchilla rascadora para garantizar una mejor mezcla de partículas de sorbitol con glóbulos de sorbitol fundidos. La temperatura en el disco se mantiene al menos a 90°C.

20 El tiempo medio necesario para que una partícula o glóbulo incorpore los gránulos de 4 mm antes de abandonar el disco es de aproximadamente media hora. A continuación los gránulos de 4 mm se introducen en un cilindro inclinado en rotación (diámetro = 1,8 m, longitud = 8,5 m, inclinación = 5 grados, velocidad de rotación = 10 revoluciones/min) y se mantienen aproximadamente 5 horas a una temperatura entre 90 y 95°C. Esta etapa se llama maduración y tiene por objeto aumentar la cristalinidad favoreciendo la recristalización de formas inestables de sorbitol en formas estables. Esto se garantiza manteniendo los gránulos en movimiento a temperaturas comprendidas entre 50 y 90°C. Al final de la etapa de maduración, los gránulos se enfrían a una temperatura cercana a cero y luego se trituran, tamizan y desempolvan gracias a una instalación clásica apropiada de calibración de productos alimentarios en polvo.

Las etapas de trituración, desempolvado y tamizado se realizan con aire que tiene una humedad absoluta lo más baja posible (aproximadamente 3 g de humedad por kg de aire).

30 A modo de indicación, las soluciones que tienen relaciones de sorbitol/(manitol + arabitol) inferiores a 50 han podido obtenerse si fuera necesario agregando manitol y/o arabitol. No obstante, estos últimos han causado muchos problemas de ensuciamiento en el disco debido a la dificultad de cristalizar el sorbitol fundido y, por consiguiente, la imposibilidad de realizar la aglomeración. Esto confirma que un alto porcentaje de impurezas específicas como el manitol y/o el arabitol pueden inhibir la cristalización del sorbitol. Los inventores han observado además que el porcentaje de manitol-arabitol en la composición para obtener relaciones de sorbitol/(manitol + arabitol) de entre 120 y 150 permitía mejorar considerablemente la estabilidad del proceso (ensuciamiento del disco) y obtener el polvo que tiene las características descritas anteriormente.

40 Las composiciones en polvo de sorbitol obtenidas correspondientes a las soluciones Sol 1, Sol 2 y Sol 3 se denominan a continuación CPS1, CPS2 y CPS3 respectivamente. Las relaciones A en sorbitol/(manitol + arabitol) correspondientes a estas composiciones se determinaron por HPLC como se especificó anteriormente (véase la tabla 1). A modo de indicación, varios productos comerciales se agregan en la misma tabla.

Tabla 1: Relaciones A de sorbitol/(manitol + arabitol) de las diferentes composiciones en polvo

Composición	Nombre del producto	A: sorbitol/(manitol + arabitol)
CPS1	Presente invención: Producto 1	129,1
CPS2	Presente invención: producto 2	122,7
CPS3	Presente invención: producto 3	140,3
CPS4	NEOSORB P60 W (ROQUETTE FRERES)	176,6
CPS5	NEOSORB P60 W (ROQUETTE FRERES)	157,0
CPS6	NEOSORB P60 (ROQUETTE FRERES)	154,5
CPS7	NEOSORB P60 (ROQUETTE FRERES)	170,5

ES 2 699 645 T3

CPS8	SORBIDEX S16603 (CARGILL)	137,1
CPS9	SORBIDEX S16603 (CARGILL)	141,2
CPS10	SORBITOL T (ECOGREEN)	153,5
CPS11	SORBITOL T (ECOGREEN)	330,6
CPS12	PARTECK SI 150 (MERCK)	202,0

Ejemplo 2: Distribución granulométrica y densidad aparente

Las composiciones en polvo de sorbitol CPS1 a CPS12 del ejemplo 1 se han analizado para determinar sus distribuciones granulométricas según el método RETSCH (tabla 2).

- 5 El método RETSCH se lleva a cabo conforme al método descrito en la Farmacopea Europea 6.0 n° 01/2008: 20938 pág. 325. Más particularmente, la granulométrica se mide utilizando una tamizadora RETSCH, modelo AS200, según las recomendaciones del constructor. Se pesan 100 g de sorbitol en polvo y se mezclan suavemente con 1 a 2% de agente de fluidez "Free flowing agent" tipo SIPERNAT® 22 S. La mezcla se tamiza a continuación a través de una torre de tamices apilados con estanqueidad los unos sobre los otros. Los diferentes tamices utilizados están certificados (ISO 3310-1) y tienen umbrales de corte de 75, 100, 250, 400 y 600 µm. El tamizado se realiza durante 10 minutos con una amplitud de 1,5. Para la pesada de los diferentes tamices antes y después del tamizado se utiliza una balanza de precisión (0,1 g) . Las mediciones se efectúan por consiguiente a ± 0,1.

Tabla 2 : Distribuciones granulométricas de las diversas composiciones en polvo.

Composiciones	<75 µm	75-100 µm	100-250 µm	250-400 µm	400-600 µm
CPS1	1,6	4,4	51,6	41,8	0,5
CPS2	2,1	4,1	49,4	44,1	0,3
CPS3	5	5,6	54,3	34,9	0,2
CPS4	8,8	6,4	50,5	31,2	3,1
CPS5	8,5	8,4	46,1	31,5	5,5
CPS6	18,8	9,2	48,5	22,7	0,8
CPS7	17,3	8,7	50,5	22,9	0,6
CPS8	11,8	9,2	42	35,8	1,2
CPS9	13,9	9,1	49	27,1	0,9
CPS10	1,9	1,1	58,6	36,9	1,5
CPS11	2,3	2,7	56	38	1
CPS12	7,4	9,6	55	25	3

- 15 Las composiciones en polvo de sorbitol CPS1 a CPS12 se han analizado para determinar la densidad aparente (tabla 3). La densidad aparente se mide según el método descrito en la Farmacopea Europea 6.0 n° 01/2008: 20915 pág. 285. Más particularmente, la densidad aparente de la composición en polvo de sorbitol se mide utilizando una máquina de tipo ERWEKA (ERWEKA GmbH SVM22). Se introduce gradualmente un volumen de 250 ml de polvo con una espátula y un embudo mantenido a 6 cm del límite superior de una probeta graduada de vidrio (volumen = 250 ml) para que no se compacten durante el llenado. La densidad aparente se deduce luego de la diferencia de masa de la probeta antes y después del llenado según la fórmula siguiente:

20

Densidad aparente (g/l) = [(masa de la probeta + muestra) – (masa de la probeta vacía)] × 4

La densidad de compactación se obtiene leyendo el volumen de polvo en la probeta después de 500 golpes consecutivos (hasta que el volumen de polvo permanece constante). Se calcula según la fórmula siguiente:

$$\text{Densidad de compactación (g/l)} = \frac{[(\text{masa de la probeta} + \text{muestra}) - (\text{masa de la probeta vacía})] \times 1.000}{\text{Volumen ocupado por el polvo tras compactación}}$$

5 Tabla 3 : Densidad aparente de diferentes composiciones en polvo

Composición en polvo	Densidad aparente (g/l)	Densidad de compactación: 500 golpes (g/l)	Índice de Haussner
CPS1	667	719	1,078
CPS2	665	704	1,059
CPS3	658	697	1,059
CPS4	669	730	1,091
CPS5	659	736	1,117
CPS6	643	727	1,131
CPS7	654	737	1,127
CPS8	710	815	1,148
CPS9	720	825	1,146
CPS10	570	617	1,082
CPS11	616	672	1,091
CPS12	448	498	1,112

La Tabla 3 demuestra que las composiciones en polvo CPS1, CPS2 y CPS3 realizadas en el marco de esta invención tienen los índices de Haussner más bajos y esto es sinónimo de mejor fluidez.

10 Las tablas 2 y 3 demuestran que, a excepción de las composiciones CPS10 y CPS11 (productos que tienen densidades relativamente bajas), las composiciones en polvo CPS1, CPS2 y CPS3 tienen a la vez las relaciones de Haussner más bajas y los porcentajes de partículas finas (partículas <75 µm) más bajos. Estas últimas características son particularmente ventajosas porque confirman una muy buena fluidez del polvo, lo que lo hace particularmente adecuado para el transporte neumático. De hecho, un polvo que tiene dichas características permite una alimentación del transporte neumático en un flujo constante (sin formación de agregados ni terrones). Por lo tanto, dicho polvo permite un control fino de la relación producto a aire de transporte que garantiza una constancia de condiciones de transporte en cuanto a esfuerzos ejercidos sobre el polvo y por consiguiente, evita a lo largo del tiempo, fluctuaciones de granulometría como resultado del transporte.

Ejemplo 3: Superficie específica

20 Las composiciones en polvo de sorbitol CPS1 a CPS12 se han analizado para determinar sus superficies específicas según el método BET (tabla 4). Las superficies específicas se miden según el método descrito en la Farmacopea Europea 6.0 n° 01/2008: 20926 pág. 306. La superficie específica se mide con un analizador de superficie específica (Micrometrics GEMINI V, Sample Degas System Vac prep 061) basado en una prueba de absorción de nitrógeno en la superficie del producto sometido a análisis, siguiendo la técnica descrita en el artículo "Surface Area by Nitrogen Absorption" S. BRUNAUER *et al.* (*Journal of American Chemical Society*, 60, 309, 1938).
 25 Las mediciones se llevan a cabo con una etapa de desgasificación al vacío de las muestras a 42°C durante 32 horas. A modo de indicación, varios productos comerciales se agregan en la misma tabla.

Tabla 4: Superficies específicas de las diferentes composiciones en polvo

Composición	Superficie específica (m ² /g)
CPS1	1,04
CPS2	0,87
CPS3	1,14
CPS4	0,93
CPS5	1,10
CPS6	1,60
CPS7	1,60
CPS8	1,80
CPS9	1,60
CPS10	0,70
CPS11	0,70
CPS12	0,60

Ejemplo 4: Estabilidad mecánica

5 Las composiciones en polvo de sorbitol CPS1 a CPS5 se han analizado para determinar sus estabildades mecánicas (tabla 5). A modo de indicación, los CPS4 y CPS5 son productos comerciales obtenidos por tecnología de aglomeración en disco. La medición de la estabilidad mecánica consiste en acelerar las partículas de la composición en polvo con la ayuda de un chorro de aire y proyectarla sobre un objetivo inclinado al final de la carrera. La velocidad del impacto, la inclinación del objetivo y el caudal de alimentación del polvo se pueden ajustar según el deseo del manipulador. El esquema de principio de esta máquina se describe en el artículo " *Mise en*

10 *OEuvre des Poudres Granulation Humide: bases et théorie*" de S. KHASHAYAR y P. GUIGON (Techniques de l'Ingénieur Opérations Unitaires : Tri et Traitement des Liquides et des Solides, ref. artículo: j2253, 2014), URL = <http://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/procedes-chimie-bio-agro-th2/operations-unitaires-tri-et-traitement-des-liquides-et-des-solids-42446210/mise-en-oeuvre-des-poudres-j2253/>.

A modo de indicación, la instalación está formada:

- 15 - por una unidad de alimentación en continuo de polvo (tolva vibratoria equipada con un sistema de seguimiento de la masa a lo largo del tiempo),
- por un circuito neumático de aceleración y transporte hacia el objetivo basculante. Este circuito se construye según el principio descrito en el artículo "Experimental Investigations on Single Plate Fluid Energy Milling" de K. LECHSONSKI y U. MENZEL (Proceedings of First World Conference on Particles Technology, vol. 2, 1988, 297-323).
- 20 - por una cámara de impacto provista de un objetivo basculante y
- por un sistema de separación de sólido-gas provisto de un filtro.

El aparato ofrece la posibilidad de hacer pasar la composición en polvo varias veces a través del circuito (varios ciclos).

25 Las condiciones operatorias utilizadas para comparar los diversos polvos mencionados son idénticas entre sí y son las siguientes:

- caudal de alimentación en la composición en polvo: 1 g/s,

- velocidad del aire: 20 m/s,
 - distancia recorrida por las partículas entre la boquilla de aceleración y el objetivo inclinado = 1 m,
 - diámetro interno del tubo que conecta la boquilla de aceleración y el objetivo inclinado = 0,6 cm,
 - inclinación del objetivo = 45°,
- 5 - forma, aspecto y diámetro del objetivo inclinado = acero pulido, circular, diámetro 6 cm,
- dimensiones de la cámara de impacto = 15×15×15 cm.
 - número de ciclos = 3.

10 El caudal de alimentación de la máquina (la composición en polvo y el aire se controlan por ordenador). Todas las partes de la máquina en contacto con el producto están conectadas a una masa para evitar la adsorción del polvo por efecto electrostático.

15 Al final de tres ciclos de impacto consecutivos, las composiciones en polvo se recolectan y analizan por granulometría láser utilizando un aparato tipo Mastersizer (modelo: Meyvis MZ63). Las condiciones operativas son conforme al método descrito en la Farmacopea Europea 6.0 n° 01/2008: 20931 pág.311). Para obtener los resultados más fiables posibles, el polvo se dispersa previamente en aceite de girasol (exento de agua). Todas las composiciones citadas en esta patente fueron analizadas en condiciones idénticas.

20 El índice de estabilidad mecánica $D(v,0,1)$ ($ISM_{D(v,0,1)}$), expresado en %, representa la variación de $D(v,0,1)$ cuando la composición en polvo de sorbitol se somete a 3 ciclos de impacto consecutivos a 20 m/s. Por ejemplo, un polvo que tiene:
 Una $D(v,0,1)$ antes de la prueba de impacto = 120 μm
 Una $D(v,0,1)$ después de la prueba de impacto (3 ciclos consecutivos a 20 m/s) = 46 μm

$$\text{Índice de estabilidad mecánica (ISM)}_{D(v,0,1)} = \frac{(120 - 46) \times 100}{120} = 61,6 \%$$

Cuanto mayor es el $ISM_{D(v,0,1)}$, más frágil mecánicamente es el polvo. $D(v,0,1)$ se define como el diámetro máximo de las partículas finas que ocupan el 10% del volumen total del polvo.

Tabla 5: Medición del índice de estabilidad mecánica de los polvos.

Composiciones	% de variación de $D(v,0,1)$: $ISM_{D(v,0,1)}$	% de variación de $D(v,0,5)$: $ISM_{Dv0,5}$	% de variación de $D(v,0,9)$: $ISM_{Dv0,9}$
CPS1	48,9	16	11,78
CPS2	47,8	14,5	8,73
CPS3	52	15,5	8,46
CPS4	71,4	26	18,34
CPS5	69,3	22,1	13,68

25 Los productos según la invención, a saber, CPS1 a CPS3 presentan una variación de la $D(v,0,1)$ de menos del 53% después de la prueba de impacto.

Existe una clara diferencia del orden del 20% entre las muestras CPS1 a CPS3 y las muestras CPS4 y CPS5 correspondientes a los productos de la técnica anterior.

30 En otras palabras, el uso de un producto del tipo CPS1 a CPS3 tenderá a crear muchos menos finos que los productos del tipo CPS4 y CPS5 durante su transporte neumático, por ejemplo, en las líneas de producción.

35 Esta estabilidad de los polvos según la invención es particularmente ventajosa para procesos en los que se aplican altas fuerzas de cizallamiento y/o una pequeña variación en el porcentaje de finos o en la distribución granulométrica del polvo tiene importantes consecuencias en la realización de un proceso o en las cualidades organolépticas particulares del producto terminado. Tal es el caso de los procesos de preparación del chicle (CG).

Ejemplo 5: Mejora de las cualidades organolépticas en el CG

Se ha realizado la evaluación organoléptica de los chicles que contienen polvos de sorbitol utilizando el método de evaluación del chicle como se describe en las págs. 81 y 85 del libro "Formulation and Production of Chewing and Bubble Gum" (ISBN = 0904725103).

5 La composición del chicle de la prueba se representa en la tabla 1:

Tabla 6: Composiciones de chicles

Ingredientes del chicle	Cantidad (g/100g)
Sorbitol en polvo	54,2
Xilitol en polvo	4,8
Base de goma Cafosa Geminis-T	30,7
Maltitol en polvo	3,3
Jarabe de maltitol (MS: 80%)	7,0
Aroma de menta Mane	c.s.p.

Se obtuvieron diversos polvos de sorbitol CPS13, CPS14 y CPS15 según el ejemplo 1. Los diferentes polvos probados se mencionan en la tabla 7:

10 Tabla 7: Distribución del tamaño de partículas de las muestras evaluadas (100 ± 0,1)

Producto	<75 µm	75 - 100 µm	100 - 250 µm	250 - 400 µm	400-600 µm
Referencia	5,8	10,8	53,8	28,7	0,9
CPS 13	0,5	4,7	51,1	42,8	0,9
CPS 14	1,4	4,1	50,3	43,6	0,6
Producto comercial	6,9	10,4	49,7	26	7
CPS 15	0,8	3,1	44,3	50,5	1,4

Referencia: MERISORB® 200 comercializado por TEREOS SYRAL.
Producto comercial: NEOSORB P60W comercializado por ROQUETTE FRERES.

15 El análisis de la distribución granulométrica de los polvos se lleva a cabo utilizando un tamizador RETSCH, modelo AS200 referencia 'g' según las instrucciones del fabricante. Más particularmente, de la manera siguiente: a 100 g de cada uno de los polvos se añaden 1 g de sílice (SIPERNAT® 22S). La masa homogeneizada se tamiza mediante dicho equipo con una amplitud de oscilación de 1,5 mm durante 10 minutos. Después se pesa cada tamiz a fin de medir el peso de cada una de las fracciones granulométricas y calcular una distribución granulométrica en porcentajes.

20 En la fabricación de chicles, se ha observado que en comparación con el polvo de referencia y con el del mercado, los CPS13 y 14 permiten una reducción del tiempo de mezcla de la composición en el mezclador de chicles. Esto constituye una ventaja de los CPS13 y 14 según la invención en comparación con todos los polvos probados.

Una vez obtenidos los chicles, se evaluaron los criterios relativos al aspecto del chicle (superficie lisa sin agujeros, bordes bien definidos). Los resultados observados son similares entre los CPS13, CPS14 y CPS15, el polvo de referencia así como el polvo comercial.

25 La evaluación sensorial de los chicles ha sido objeto de un protocolo estricto realizado por un grupo entrenado específicamente para probar el chicle. El protocolo de degustación de chicles está documentado, se describe más

especialmente en "Formulation and production of chewing and bubble gum" de Douglas Fritz (Kennedys Books Ltd) - Hardcover (2008). Este protocolo se organiza en 3 fases.

5 La fase inicial corresponde al ataque en boca durante los primeros 10 segundos de degustación; la fase intermedia de hasta 3 minutos, describe con precisión las propiedades sensoriales del chicle en cuanto a hidratación, textura y percepción aromática porque es durante este período que la mayoría de los sabores y edulcorantes se extraen de la matriz. La fase final, más allá de los 3 minutos, caracteriza el grado de estabilidad de las propiedades del chicle a lo largo del tiempo, en cuanto a consistencia y percepción aromática principalmente.

Los parámetros organolépticos fueron evaluados por un grupo entrenado de 9 personas.

10 Durante la fase inicial (primeros 10 segundos) se evalúan la dureza del ataque, la cohesión, la velocidad de percepción y la intensidad aromática. Durante la fase intermedia (10 segundos a 3 minutos) se evalúa la hidratación (el tiempo que tarda la matriz en absorber la saliva), la cohesión, la textura, el efecto pegajoso en los dientes, el poder aromático, la intensidad del dulzor y poder refrescante. Por último, durante la fase final (3 a 6 minutos), se evalúa la dureza, la textura, la adherencia a los dientes, el tamaño del chicle en la boca, la forma en la boca (entre dos masticaciones), la consistencia, la anchura del hilo cuando se extiende el chicle, la potencia aromática, la intensidad del dulzor y, por último, el poder refrescante. El sistema la evaluación utiliza un sistema de 5 puntos que
15 corresponde a cinco calificaciones o puntuación para cada uno de los descriptores. Se probaron todos los parámetros definidos anteriormente (fase inicial, fase intermedia y final). Las puntuaciones y todos los parámetros probados se describen en la referencia anterior.

20 En su análisis, el panel ha puesto de manifiesto que entre el conjunto de parámetros medidos, numerosos parámetros se han mantenido por la utilización de tamices en comparación con los polvos de referencia y los del mercado.

A continuación se detallan solo los parámetros para los que se observa una diferencia. Las puntuaciones para los parámetros probados se definen en el sistema como se muestra a continuación (tabla 8).

25 En la tabla 8, P1 corresponde a la fase inicial (primeros 10 segundos), y P2 en la fase intermedia (entre 10 segundos y 3 minutos):

Tabla 8: Puntuaciones de los parámetros probados

	Puntuación	1	2	3	4	5
P1	Dureza de ataque	Firme		Normal		tierna
P2	Textura	Granular				lisa
P2	Potencia aromática	Falta de aroma		Normal		quema la lengua
P2	Intensidad de dulzor	poco		Normal		mucha
P2	Poder refrescante	poco		Normal		mucho

Los valores modificados obtenidos por el grupo entrenado se dan en la tabla 9.

Tabla 9: Evaluación organoléptica.

	Referencia	CPS13	CPS14	Producto comercial	CPS15
Dureza de ataque	3,1	2,3	2,4	3,7	2,4
Textura	3,2	3,5	3,5	3,0	2,7
Potencia aromática	3,6	4,3	4,0	3,7	2,5
Intensidad de dulzor	3,0	3,3	3,4	3,2	2,9
Efecto refrescante	3,3	4,0	3,7	3,4	2,5

En el caso de los productos CPS13, CPS14 y CPS15, hay un marcado aumento en la dureza de ataque, en la fase inicial (primeros 10 segundos) en comparación con el polvo de referencia y el del mercado.

5 En la fase intermedia (entre 10 segundos y 3 minutos) se observa una intensificación de la potencia aromática, de la intensidad del dulzor y del efecto refrescante para los productos CPS13 y CPS14, pero no para el CPS15 en comparación con el polvo de referencia y el del mercado. El efecto de la distribución de partículas, como se describe en la Tabla 7, es neto y claro.

10 Sin embargo, hay un límite para este procedimiento de cribado. En el caso de que el producto se tamice demasiado, como en el caso del CPS15, la dureza del ataque sigue siendo idéntica, pero la percepción aromática, así como el efecto de frescor, se ven claramente afectados de manera negativa en comparación con el CPS13 y el CPS14, pero aún más en comparación con la referencia así como con el producto comercial.

Por lo tanto, el CPS13 y el CPS14 tienen particularmente ventajas porque la mejora en la potencia aromática del chicle por el uso de estos polvos permite que la misma cantidad de sorbitol en el chicle reduzca la cantidad de sabor para obtener una percepción aromática idéntica.

15 El CPS13 y el CPS14 también permiten sentir un efecto azucarado más importante así como un efecto refrescante mayor que los sorbitoles de referencia y del mercado, lo que permite intensificar el sabor del chicle obtenido.

Así se demuestra por primera vez el efecto de la distribución granulométrica de los polvos de sorbitol en la percepción aromática, el dulzor y el efecto refrescante del chicle obtenido.

20 También se observará que la variación de la distribución granulométrica del CPS15 además de reducir la potencia aromática, la intensidad del dulzor así como el efecto de refrescante de los sorbitoles conocidos también produce una estructura granular del chicle, que no se desea ya que esta sensación es desagradable en la lengua.

Esta prueba también demuestra que la reducción de partículas finas sin duda mejora las características organolépticas del chicle, pero que esta reducción de finos debe responder a ciertos criterios. En otras palabras, el polvo de sorbitol no debe definirse excesivamente para que se observe la mejora de las características organolépticas del chicle.

25 Por lo tanto, una diferencia muy fina en la granulometría del polvo de sorbitol conduce a efectos detectables en el chicle final en cuanto al carácter granular del chicle en la boca o la percepción aromática de la intensidad del dulzor o el efecto refrescante (CPS13 o CPS14 frente a CPS15).

30 Más específicamente, el presente ejemplo demuestra que el polvo según la invención hace posible, en comparación con los polvos de sorbitol del mercado, i) reducir los tiempos de mezcla para obtener chicles en comparación con los productos de referencia, ii) obtener un chicle con una dureza de ataque mejorada, una textura, un poder aromático, una intensidad de dulzor y efecto refrescante mejorados, iii) manteniendo al mismo tiempo las características del chicle tales como la cohesión, la velocidad de percepción, la hidratación, la textura, el efecto pegajoso o la consistencia.

REIVINDICACIONES

1. Composición en polvo que presenta

- al menos 96% de sorbitol (p/p) en materia seca,
- una relación A de sorbitol/(manitol + arabitol) (p/p) comprendida entre 105 a 150, preferentemente de 110 a 149, y/o un índice de estabilidad mecánica $D(v,0,1)$ ($ISM_{D(v,0,1)}$) inferior al 60%, preferentemente inferior al 55%, siendo el $ISM_{D(v,0,1)}$ igual a:

$$ISM = \frac{(D(v, 0, 1)a - D(v, 0, 1)b) \times 100}{D(v, 0, 1)a}$$

en la que $D(v,0,1)b$ corresponde a la $D(v,0,1)$ de dicha composición en polvo medida después de una prueba de impacto que comprende tres ciclos de proyección de dicha composición en polvo a 20 m/s sobre una superficie lisa no deformable y $D(v,0,1)a$ correspondiente a la $D(v,0,1)$ de dicha composición en polvo medida antes de la prueba de impacto,

- una densidad aparente de 630 a 700 g/l,
- preferentemente, una superficie específica comprendida entre 0,6 y 1,8 m²/g.

2. Composición en polvo según la reivindicación 1, caracterizada porque presenta una densidad de compactación de 650 a 730 g/l.

3. Composición en polvo según cualquiera de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizada porque presenta una relación A comprendida entre 110 y 145.

4. Composición en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizada porque presenta una granulometría media de 100 a 400 micras.

5. Composición en polvo según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizada porque está compuesta por aglomerados de cristales.

6. Composición en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizada porque presenta una distribución de tamaño de partículas, determinada por análisis granulométrico, utilizando un equipo RETSCH, de la forma siguiente:

- de 0 a 2,3% en peso, de partículas > 400 micras,
- de 34,8 a 54,9% en peso, de partículas comprendidas entre 250 y 400 micras,
- de 42,7 a 57,9% en peso, de partículas comprendidas entre 100 y 250 micras,
- de 1,4 a 8,0% en peso, de partículas comprendidas entre 75 y 100 micras, y
- de 0,5 a 4,8% en peso, de partículas <75 micras, siendo la suma de las diversas fracciones el 100% en peso.

7. Composición en polvo según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizada porque presenta una distribución granulométrica, determinada por análisis granulométrico, utilizando un equipo RETSCH de la siguiente manera.

- de 0 a 1% en peso, de partículas > 400 micras,
- de 40 a 45% en peso, de partículas comprendidas entre 250 y 400 micras,
- de 48 a 53% en peso, de partículas comprendidas entre 100 y 250 micras,
- de 3,5 a 8% en peso, de partículas comprendidas entre 75 y 100 micras, y
- de 0,5 a 2,5% en peso, de partículas <75 micras, siendo la suma de las diversas fracciones el 100% en peso.

8. Procedimiento para la preparación de una composición en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque comprende:

- una etapa de cristalización de un jarabe de sorbitol que comprende una relación A de sorbitol/(manitol + arabitol) comprendida entre 105 a 150, preferentemente entre 110 y 145,
- una etapa de granulación del polvo obtenido por vía húmeda con la ayuda de un aglutinante, preferentemente el aglutinante es un jarabe de sorbitol que comprende una relación A sorbitol/(manitol +

arabitol) comprendida entre 105 a 150, preferentemente entre 110 y 145,

- una etapa de maduración, por secado, de la composición granulada así obtenida
- opcionalmente, una etapa de enfriamiento de la composición granulada obtenida preferentemente a una temperatura inferior a 10°C.

5 9. Procedimiento de preparación según la reivindicación 8, caracterizado porque la etapa de cristalización y/o de granulación se lleva a cabo en un mezclador-granulador continuo, un extrusor, una torre de atomización o por aglomeración en disco.

10 10. Procedimiento de preparación según la reivindicación 9, caracterizado porque dicho jarabe de sorbitol utilizado durante la etapa de cristalización y/o de granulación tiene un contenido de materia seca comprendido entre 65 y 99,9%, preferentemente entre 70 y 99,8%.

11. Chicle caracterizado porque comprende del 2 al 85% (p/p) de una composición en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.

12. Método de producción de un chicle que comprende las etapas siguientes consistentes en:

- obtener una goma base

15 - mezclar la goma base con una composición en polvo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7,

- opcionalmente, agregar uno cualquiera de los elementos seleccionados entre un plastificante, una carga, un aromatizante y una de sus mezclas.