



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0612770-3 B1



(22) Data do Depósito: 28/06/2006

(45) Data de Concessão: 20/04/2021

(54) Título: PROCESSO PARA PRODUÇÃO DE UM PÓ CONTENDO PARTÍCULAS CRISTALINAS DE XILITOL COM UM OUTRO POLIOL

(51) Int.Cl.: A61K 9/16; A61K 9/20; A23G 3/00; A23G 3/34; C07C 29/78; (...).

(52) CPC: A23G 3/346; A23G 3/42; A23G 3/50; A23L 27/34; A23L 29/35; (...).

(30) Prioridade Unionista: 08/07/2005 FR 0507327.

(73) Titular(es): ROQUETTE FRERES.

(72) Inventor(es): PIERRICK DUFLOT; BAPTISTE BOIT.

(86) Pedido PCT: PCT FR2006001507 de 28/06/2006

(87) Publicação PCT: WO 2007/006885 de 18/01/2007

(85) Data do Início da Fase Nacional: 07/01/2008

(57) Resumo: PROCESSO PARA FABRICAÇÃO DE GRANULADOS CONTENDO PARTÍCULAS CRISTALINAS DE XILITOL E DE UM OUTRO POLIOL. A invenção se refere a um processo para fabricação contínua de um pó contendo partículas cristalinas de xilitol com um outro polioliol, compreendendo a mistura contínua de um xarope de xilitol e de um outro polioliol, apresentando um teor em matéria seca de pelo menos 95 % em peso e tendo um teor de xilitol de 85 a 97,5 % em peso e um teor de outro polioliol de pelo menos 15 a 2,5 % em peso com base na matéria seca, a mistura sendo feita, dispersando-se simultaneamente o xarope de xilitol e o outro polioliol com insumos que contêm xilitol em um recipiente rotativo aberto contendo granulados à base de xilitol, no qual o xarope de xilitol e o outro polioliol e os insumos que contêm xilitol são misturados na superfície dos granulados à base de xilitol contidos no recipiente, a recuperação dos granulados à base de xilitol e do outro polioliol, a partir do recipiente, e a cristalização do xilitol e do outro polioliol contidos nesses granulados, os granulados à base de xilitol e do outro polioliol no recipiente sendo mantidos em movimento pela rotação do recipiente.

**PROCESSO PARA PRODUÇÃO DE UM PÓ CONTENDO PARTÍCULAS
CRISTALINAS DE XILITOL COM UM OUTRO POLIOL**

[001] A invenção se refere a um processo para fabricação contínua de um pó contendo partículas cristalinas de xilitol com um outro poliol em menor proporção.

[002] Por "outro poliol", entende-se, no sentido da invenção, um poliol escolhido preferencialmente no grupo constituído pelo treitol, o eritritol, o arabitol, o ribitol, o sorbitol, o manitol, o maltitol, o maltotritol, o maltotetraitol, o lactitol, a isomaltulose hidrogenada, a glicerina e os hidrolisados de amido hidrogenados, sozinhos ou em combinação.

[003] Mais preferencialmente, esse outro poliol é escolhido no grupo constituído pelo sorbitol, o maltitol, o manitol, e a isomaltulose hidrogenada, sozinhos ou em combinação.

[004] "Por menor proporção", entende-se, no sentido da invenção, um teor nesse outro poliol, no pó contendo partículas cristalinas de xilitol, compreendida entre 2,5 e 15 % em peso, de preferência de 5 a 10 % em peso da quantidade total de polióis.

[005] O xilitol é um poliol com 5 átomos de carbono, resultante da hidrogenação do xilose. Ele é utilizado como substância de substituição do açúcar e/ou como substância suporte em preparados farmacêuticos e na indústria alimentícia, em particular sob a forma de comprimidos açucarados ou mastigáveis.

[006] Sabe-se como fabricar xilitol cristalizado, por exemplo, induzindo a cristalização do xilitol em um xarope

suficientemente rico nesse produto e suficientemente purificado. São obtidos então monocristais de forma tetraédrica, de tamanho relativamente uniforme.

[007] Todavia, o xilitol puro apresenta péssimas propriedades de compressão, independentemente do tipo de fabricação utilizado.

[008] A fim de melhorar as propriedades de compressão, é bem conhecido no estado da técnica propor a fabricação de pós de xilitol que apresentam um teor de xilitol de mais de 90 % em peso, o complemento do teor total em poliol sendo fornecido por um outro poliol, tal como sorbitol.

[009] Foi proposto na patente EP 528604 realizar a co-cristalização do xilitol e do sorbitol, a relação entre o sorbitol o xilitol estando compreendida entre 50/50 a 97/3, de preferência compreendida entre 65/35 e 95/5.

[0010] Além do fato de esses co-cristais conterem mais de 50 % de sorbitol (o xilitol é no caso antes de tudo o componente minoritário da mistura), a mistura não apresenta em nenhum caso propriedades de compressão notáveis.

[0011] Foi também proposto na patente DE 19845339 realizar a co-atomização do xilitol a mais de 90 % em peso com o sorbitol, ou granulando essa mistura em uma camada fluidificada.

[0012] Os resultados mostram que o xilitol puro granulado por pulverização não é conveniente para uma transformação direta em comprimidos, sem outros aditivos. A uma pressão de 20 kN, a dureza dos comprimidos, de aproximadamente 60 N, é muito pouca e a abrasão é muito elevada para os comprimidos fabricados.

[0013] Para os especialistas do domínio considerado, as durezas só podem com efeito ser atingidas, na prática, quando o xilitol é granulado com a carboximetilcelulose (CMC) à razão, por exemplo de 2 % em peso.

[0014] O pedido de patente internacional WO 92/10168 descreve também um processo para fabricação de granulados de xilitol diretamente compressível que consiste na granulação úmida de xilitol finamente moído pelo emprego de um ligante que pode ser uma solução de carboximetilcelulose sódica, uma solução de polidextrose ou ainda um xarope de maltose hidrogenado. Uma secagem final é obrigatória. São obtidos assim granulados contendo de 0,1 a 5 % de ligante.

[0015] Todavia, a CMC contida nos comprimidos se repercute de maneira desvantajosa sobre as propriedades organolépticas.

[0016] Foi também proposto, na patente FR 2.336.123, fabricar tabletes para mascar a partir de mistura seca de xilitol em quantidade de 10 a 80 % em peso e de um poliol em quantidade de 80 a 10 % em peso, em relação ao peso do tablete. O poliol pode ser o sorbitol, o manitol ou uma mistura destes.

[0017] Sobressai da descrição desse pedido de patente que o poliol representa pelo menos 50 % em peso em relação ao xilitol. Esse não pode, portanto, ser considerado como o componente principal do pó a comprimir. Nessas condições, não é possível se beneficiar, de maneira ótima, de todas as vantagens próprias ao xilitol.

[0018] Aglomerando xilitol pó cristalizado de granulometria muito fina com o auxílio de um xarope de sorbitol sob forte agitação, a patente EP 329977 propõe um

agente ligante e diluente, utilizável em compressão direta, cujos granulados têm um tamanho compreendido entre 0,1 e 1 mm e contendo 94 a 98 % em peso de xilitol, 1 a 5 % em peso de sorbitol, 0 a 2 % em peso de outros polióis, e menos de 1 % em peso de água.

[0019] Esse agente ligante e diluente apresenta uma massa volumétrica aparente do produto compactado de 0,7 a 0,8 g/ml.

[0020] A moagem prévia do xilitol para se obter uma fina granulometria, a aglomeração com o auxílio de um xarope de sorbitol com pouca matéria seca, assim como a secagem final do pó não dão ao processo toda a simplicidade desejada e constituem operações suplementares que aumentam seu custo de utilização.

[0021] A presente invenção tem, portanto, como finalidade particular fornecer um processo para fabricação de um pó, contendo partículas cristalinas de xilitol com um outro poliol que são menos sensíveis às desvantagens mencionadas acima e que permite obter eficazmente um pó contendo partículas cristalinas de xilitol que têm propriedades desejáveis.

[0022] De acordo com a presente invenção, fornece-se um processo para fabricação de partículas cristalinas de xilitol com um outro poliol que não necessita de uma fortíssima concentração de xilitol ou nenhum esforço feito para controlar ou medir precisamente a temperatura durante a etapa de granulação / cristalização.

[0023] Além disso, o processo da invenção não implica a formação de massa cozida, nem a aplicação de uma força de cisalhamento ou de compressão, baseando-se antes de tudo

simplesmente sobre um revestimento, uma aglomeração e uma indução da cristalização concorrentes, permitindo à mistura aglomerada de xilitol com um outro poliol maturar a uma temperatura inferior ao ponto de fusão do xilitol, para formar granulados sólidos.

[0024] De acordo com a presente invenção, fornece-se um processo para fabricação de um pó contendo partículas cristalinas de xilitol e de um outro poliol, esse processo compreendendo a mistura contínua de um xarope de xilitol e de um outro poliol, apresentando um teor em matéria seca de pelo menos 95% em peso e tendo um teor de xilitol de 85 a 97,5% em peso e um teor em outro poliol de pelo menos 15 a 2,5% em peso com base na matéria seca, a mistura sendo feita, dispersando-se simultaneamente o xarope de xilitol e do outro poliol com insumos que contêm xilitol, em um recipiente rotativo aberto contendo granulados à base de xilitol, isto porque o xarope de xilitol, o outro poliol e os insumos que contêm xilitol são misturados na superfície dos granulados à base de xilitol contidos no recipiente, a recuperação dos granulados à base de xilitol e do outro poliol a partir do recipiente, e a cristalização do xilitol e do outro poliol contidos nesses granulados, os granulados à base de xilitol e do outro poliol no recipiente, sendo mantidos em movimento pela rotação do recipiente.

[0025] Quando da realização do processo da invenção, o xarope de xilitol e do outro poliol é introduzido, de preferência, no recipiente sob a forma subdividida, por exemplo, sob a forma de gotas e de glóbulos, de jatos ou de feixes de jatos.

[0026] De acordo com um método preferido de realização do processo mencionado, um xarope de xilitol e do outro poliol, apresentando um teor em matéria seca de pelo menos 95 % em peso, é levado a uma temperatura de pelo menos 80 °C e é misturado continuamente em um recipiente com insumos contendo xilitol, a relação insumos/xarope, as dimensões, a orientação do eixo de rotação e a velocidade de rotação do recipiente sendo escolhidos de tal forma que o produto recuperado a partir do recipiente aparece sob a forma de granulados de um diâmetro médio de aproximadamente 100 a 10000 µm.

[0027] O processo da invenção pode ser realizado em um aparelho que compreende um recipiente rotativo aberto, com um eixo de rotação que pode ser inclinado horizontalmente, um meio de fornecimento, a uma zona situada no interior do recipiente, acima da massa que o enche parcialmente, e daí dispersar uma parte de xarope de xilitol e do outro poliol, de preferência subdividido nas formas mencionadas acima e alguns insumos contendo xilitol, e um meio de assegurar a mistura do xarope de xilitol, do outro poliol e insumos contendo xilitol, na superfície da massa em movimento enchendo parcialmente o recipiente.

[0028] Os granulados à base de xilitol são recuperados, de preferência, por transbordamento à saída do recipiente e podem ser maturados para aumentar sua cristalinidade, pela transferência dos granulados em um cilindro rotativo de características dimensionais tais que a duração de permanência dos granulados provenientes do recipiente é suficiente para assegurar a cristalinização do xilitol e do outro poliol. Os granulados podem em seguida ser

transferidos para um secador para diminuir a umidade residual e, em seguida, para um meio de moagem e de crivação.

[0029] De acordo com um primeiro modo preferido de realização do processo da invenção, pode-se oferecer um xarope de xilitol e de sorbitol, do tipo disponível no comércio ou pode-se prepará-lo extemporaneamente, de maneira que sua matéria seca seja de pelo menos 95 %, e que seu teor de xilitol seja de aproximadamente 95 % com base na matéria seca e seu teor em sorbitol seja de aproximadamente 5% com base na matéria seca, e se disperse o xarope a uma temperatura de aproximadamente 80 °C no interior de um recipiente rotativo aberto sob a forma de um reservatório ou de um tambor aberto que tem um fundo essencialmente plano, cujo eixo de rotação pode ser inclinado em um plano horizontal de um ângulo de 25 a 45°.

[0030] De acordo com um segundo modo de realização do processo da invenção, pode-se preparar extemporaneamente um xarope de xilitol e de sorbitol cuja matéria seca é de pelo menos 95% e tendo um teor de xilitol de aproximadamente 85% com base na matéria seca e em sorbitol de aproximadamente 15% com base na matéria seca, dispersa-se em seguida o xarope a uma temperatura de aproximadamente 80°C no interior de um recipiente rotativo aberto sob a forma de um reservatório ou de um tambor aberto que tem um fundo essencialmente plano, cujo eixo de rotação pode ser inclinado em um plano horizontal de um ângulo de 25 a 45°.

[0031] De acordo com um terceiro modo preferido de realização do processo da invenção, prepara-se extemporaneamente um xarope de xilitol e de maltitol, cuja

matéria seca é de pelo menos 95 % e tendo um teor de xilitol de aproximadamente 90 % com base na matéria seca, e dispersa-se o xarope a uma temperatura de aproximadamente 80 °C no interior de um recipiente rotativo aberto sob a forma de um reservatório ou de um tambor aberto que tem um fundo essencialmente plano, cujo eixo de rotação pode ser inclinado em um plano horizontal de um ângulo de 25 a 45°.

[0032] Um bocal de atomização de ar é vantajosamente utilizado, nesses três modos preferidos de realização particulares para pulverizar o xarope aquoso sobre a camada rotativa de materiais de insumos contendo xilitol, em um granulador em escala piloto.

[0033] A relação ponderal da mistura constituída de insumos contendo xilitol e xarope de xilitol e de sorbitol (ou de maltitol) é de 1/1.

[0034] A mistura é feita na superfície da massa em movimento enchendo parcialmente o recipiente; o movimento em questão lembra uma massa de pílulas no interior de uma máquina de fabricação de pílulas, e constatou-se que granulados que são cada vez mais grossos são formados, os granulados os maiores tendo tendência a vir à superfície da massa em movimento.

[0035] Os granulados de xilitol e do outro poliol assim obtidos são em seguida maturados para aumentar sua cristalinidade.

[0036] Essa etapa de maturação pode ser realizada, conservando-se os granulados em movimento a uma temperatura inferior ao ponto de fusão dos granulados, preferencialmente a uma temperatura de 5 a 85°C, durante 1 a 20 horas, em uma corrente de ar.

[0037] O produto granulado é em seguida seco, a fim de se obter uma umidade residual não superior a aproximadamente 1%.

[0038] Os granulados podem então ser moídos até o tamanho de partículas requerido e em seguida triados por peneiramento; as partículas eliminadas por peneiramento podem ser vantajosamente recicladas para o recipiente mencionado, para uma utilização como insumos contendo xilitol e o outro poliol.

[0039] Uma propriedade muito vantajosa do pó que contém as partículas cristalinas de xilitol e do outro poliol, de acordo com a invenção, é que ele apresenta um valor de compressão, segundo o teste B, que é superior a 80 N, de preferência superior a 100 N, mais preferencialmente ainda superior a 150 N, conforme será exemplificado a seguir.

[0040] O teste B consiste em medir a dureza, expressa em Newtons, de uma amostra de comprimido produzida sobre uma Prensa Carver por uma carga de 18 kNewtons aplicada a uma matriz anular Carver no 3619 de 13 mm, para se obter um comprimido contendo 0,9 g de pó contendo partículas cristalinas de xilitol e do outro poliol (corte granulométrico 250 - 425 μm), de acordo com a invenção, e 1 % de estearato de magnésio.

[0041] A dureza do comprimido é determinada em um testador de comprimidos do Dr SCHLEUNIGER PHARMATRON modelo 6D.

[0042] Os resultados mostram que o pó, de acordo com a invenção, contendo partículas cristalinas de xilitol e do outro poliol, apresenta um valor de dureza elevado que,

segundo o conhecimento da sociedade Requerente, jamais foi descrito.

[0043] Os pós resultantes contendo partículas cristalinas de xilitol e do outro poliol são caracterizados também pelo fato de apresentarem uma velocidade de solubilização na água, segundo o teste A, inferior a 1 minuto, de preferência compreendida entre 20 e 30 segundos $\pm$ 5 segundos.

[0044] A fim de medir essa característica do pó que contém partículas cristalinas de xilitol e de um outro poliol, de acordo com a invenção, a saber o tempo de solubilização, realiza-se o teste A.

[0045] A primeira etapa do teste A consiste em proceder à degaseificação da água a 20 °C, água que se coloca com uma barra imantada (comprimento 6,06 cm e diâmetro 1,15 cm) em um frasco a vácuo de 2000 ml colocado sobre um agitador magnético. A velocidade de rotação da barra (200 rpm) é adaptada para criar uma agitação suficiente. A colocação sob vácuo é feita até o desaparecimento de bolhas, sinônimos de presença residual de gás dissolvido.

[0046] A segunda etapa consiste em peneirar o pó a testar, de maneira a recuperar a fração que apresenta um tamanho de partículas compreendido entre 315 e 500 μ m.

[0047] São introduzidos em seguida 150 g de água degaseificada em bécher em vidro transparente de forma baixa (diâmetro externo 70 mm, altura de 96 mm) e de 250 ml, contendo uma barra imantada cilíndrica (45 mm de comprimento e 9,5 mm de diâmetro).

[0048] Coloca-se esse bécher tal como preparado sobre um agitador magnético de laboratório regulado em uma velocidade de rotação de 200 rpm.

[0049] São introduzidos então exatamente e em uma única vez 5 g do pó peneirado e aciona-se o cronômetro.

[0050] Quando a solubilização é total (nenhuma partícula detectável ao olho), pára-se o cronômetro e anota-se o tempo decorrido.

[0051] Nessas condições, o pó contendo partículas cristalinas de xilitol e do outro poliol, de acordo com a invenção, tem geralmente uma velocidade de solubilização inferior a 1 minuto, de preferência compreendida entre 20 e 30 ± 5 segundos.

[0052] A fim de medir a massa volumétrica aparente do pó que contém partículas cristalinas de xilitol e de um outro poliol, de acordo com a invenção, se realiza o teste C.

[0053] O teste C é destinado a determinar, em condições definidas, os volumes aparentes antes e depois de compactar, a aptidão para o compactar, assim como as massas volumétricas aparentes dos pós obtidos.

[0054] Para as necessidades do teste C, o pó contendo partículas cristalinas de xilitol e de um outro poliol, de acordo com a invenção, é moído e peneirado, de maneira que seja obtido um pó que apresenta um tamanho de partículas compreendido entre 100 e 1000 μm .

[0055] A aparelhagem é um volumenômetro de compactado STAV 2003 comercializado por J. ENGELSMANN AG que é constituído por:

- um aparelho compactador que pode provocar por minuto 250 quedas ± 15 quedas de um altura de 3 mm $\pm 0,2$

mm. O suporte da amostra, com seu dispositivo de fixação, deve ter uma massa de $450 \text{ g} \pm 5 \text{ g}$;

- uma amostra de 250 ml graduada a cada 2 ml, cuja massa deve ser de $220 \text{ g} \pm 40 \text{ g}$.

[0056] Na amostra seca, introduz-se sem compactar uma tomada de teste M de 100 g de peso com uma precisão de 0,5 %. Fixa-se a amostra sobre seu suporte. Lê-se o volume aparente antes de compactar V_0 estimado em 1 ml aproximadamente.

[0057] Faz-se cumprir 10, 500 e 1250 quedas e são lidos os volumes correspondentes V_{10} , V_{500} e V_{1250} estimados em 1 ml aproximadamente.

[0058] As massas volumétricas aparentes são dadas pelas seguintes expressões:

- massa volumétrica aparente antes de compactar (dita massa volumétrica do produto a granel) = $100 / \text{volume aparente antes de compactar}$;

- massa volumétrica aparente após compactar (dita massa volumétrica do produto compactado) = $100 / \text{volume aparente após 1250 quedas}$.

[0059] Os resultados mostram que o pó contendo partículas cristalinas de xilitol e do outro poliol, de acordo com a invenção, apresenta um valor de massa volumétrica aparente compactada compreendida entre 0,5 e 2 g/ml, de preferência compreendida entre 0,6 e 1 g/ml.

[0060] O presente pedido se refere também à utilização de um pó, de acordo com a invenção, que pode ser obtido por um processo, de acordo com a invenção, para a fabricação de comprimidos.

[0061] Os exemplos seguintes ilustram o preparo do pó contendo partículas cristalinas de xilitol e do outro poliol pela utilização do processo, de acordo com a invenção.

EXEMPLO 1

[0062] Uma solução que tem um teor de 95% em xilitol e de 5% em sorbitol, com base na matéria seca, é colocada em um recipiente de evaporação para se obter um xarope de xilitol e de sorbitol que tem um teor em matéria seca de 95%.

[0063] O xarope de xilitol e de sorbitol é colocado em um reservatório de estocagem a uma temperatura de aproximadamente 80°C, a partir do qual é continuamente retirado por meio de uma bomba que assegura sua dispersão sob a forma de glóbulos por meio de um bocal.

[0064] Simultaneamente à dispersão do xarope de xilitol e de sorbitol, introduz-se continuamente material de insumos suplementar no granulador em escala piloto para realizar uma relação ponderal de insumos/xarope de aproximadamente 1 parte de insumos para 1 parte de xarope de xilitol e de sorbitol.

[0065] Os insumos são obtidos pela reciclagem contínua de uma fração do material solidificado sendo produzida. Partículas de um sólido de xilitol cristalino qualquer podem ser utilizadas para fornecer insumos para a granulação inicial.

[0066] Nenhum esforço particular é feito para controlar a temperatura do granulador.

[0067] O granulador gira a uma velocidade de aproximadamente 6,5 rotações por minuto, sua inclinação

sendo de 30°, o que permite obter granulados que têm um diâmetro médio de aproximadamente 500 a 10000 µm.

[0068] Após essa etapa de granulação, esses granulados são maturados a 60 °C pela conclusão da cristalização em um dispositivo de maturação (tambor rotativo alongado).

[0069] Os granulados maturados assim obtidos apresentam uma composição de 97,3/2,7 em xilitol/sorbitol e são secos em uma camada fluidificada, utilizando o ar a aproximadamente 45°C, depois submetidos a uma moagem grosseira.

[0070] Os granulados assim tratados aparecem sob a forma de um pó contendo aproximadamente 0,27% de umidade residual.

[0071] O pós seco é em seguida peneirado e constitui o pó que contém partículas cristalinas de xilitol e de sorbitol, de acordo com a invenção.

[0072] A velocidade de solubilização, tais como medida, segundo o teste A, é de 30 segundos, e o valor de dureza determinada segundo o teste B é de 130 N.

[0073] A tabela I a seguir apresenta os resultados das medidas feitas segundo o teste C.

Tabela I

100 g de pó utilizado	
Fração 100 - 1000 µm	
Massa volumétrica aparente antes do compactar (g/ml)	0,588
V ₀ médio (ml) em 3 medidas	170
V ₁₀ médio (ml) em 3 medidas	162
V ₅₀₀ médio (ml) em 3 medidas	150

V ₁₂₅₀ médio (ml) em 3 medidas	148
---	-----

[0074] A massa volumétrica aparente do produto a granel é assim de 0,588 g/ml e a massa volumétrica aparente do produto compactado de 0,676 g/ml.

EXEMPLO 2

[0075] Uma solução que tem um teor de 85% em xilitol e de 15% em sorbitol com base na matéria seca é colocada em um recipiente de evaporação para se obter um xarope de xilitol e sorbitol que tem um teor em matéria seca de 95%.

[0076] O xarope de xilitol e de sorbitol é colocado em um reservatório de estocagem a uma temperatura de aproximadamente 80 °C, a partir do qual é continuamente retirado por meio de uma bomba que assegura sua dispersão sob a forma de glóbulos por meio de um bocal.

[0077] Simultaneamente à dispersão do xarope de xilitol e de sorbitol, introduz-se continuamente o material de insumos suplementar no granulador com escala piloto para realizar uma relação ponderal de insumos/xarope de aproximadamente 1 parte de insumos para 1 parte de xarope de xilitol e de sorbitol.

[0078] Os insumos são obtidos pela reciclagem contínua de uma fração do material solidificado que é produzido. Partículas de um sólido de xilitol cristalino qualquer podem ser utilizadas para fornecer insumos para a granulação inicial.

[0079] Nenhum esforço particular é feito para controlar a temperatura do granulador.

[0080] O granulador gira a uma velocidade de aproximadamente 6,5 rotações por minuto, sua inclinação

sendo de 30°, o que permite obter granulados com um diâmetro médio de aproximadamente 500 µm a 10000 µm.

[0081] Após essa etapa de granulação, esses granulados são maturados em uma estufa a 60 °C durante 30 a 40 minutos.

[0082] Os granulados maturados assim obtidos apresentam uma composição 90/10 em xilitol/sorbitol e são secos em uma camada fluidificada, utilizando ar a aproximadamente 45 °C, depois submetido a uma moagem grosseira.

[0083] Os granulados assim tratados aparecem sob a forma de um pó contendo aproximadamente 0,41% de umidade residual.

[0084] O pó seco é em seguida peneirado e constitui o pó que contém partículas cristalinas de xilitol e de sorbitol, de acordo com a invenção.

[0085] A velocidade de solubilização, tal como medida segundo o teste A, é de 20 segundos, e o valor de dureza determinado segundo o teste B é de 170 N.

[0086] A tabela II a seguir apresenta os resultados das medidas feitas segundo o teste C.

Tabela II

100 g de pó utilizado	
Fração 100 - 1000 µm	
Massa volumétrica aparente antes do compactar (g/ml)	0,645
V ₀ médio (ml) em 3 medidas	155
V ₁₀ médio (ml) em 3 medidas	150
V ₅₀₀ médio (ml) em 3 medidas	137
V ₁₂₅₀ médio (ml) em 3 medidas	134

[0087] A massa volumétrica aparente do produto a granel é assim de 0,645 g/ml, e a massa volumétrica aparente do produto compactado de 0,746 g/ml.

EXEMPLO 3

[0088] Uma solução que tem um teor de 85% em xilitol e de 15% em maltitol com base na matéria seca é colocada em um recipiente de evaporação para se obter um xarope de xilitol e de maltitol que tem um teor em matéria seca de 95%.

[0089] O xarope de xilitol e de maltitol é colocado em um reservatório de estocagem a uma temperatura de aproximadamente 80°C, a partir do qual é continuamente retirado por meio de uma bomba que assegura sua dispersão sob a forma de glóbulos por meio de um bocal.

[0090] Simultaneamente à dispersão do xarope de xilitol e de maltitol, introduz-se continuamente material de insumos suplementar no granulador com escala piloto para realizar uma relação ponderal de insumos/xarope de aproximadamente 1 parte de insumos para 1 parte de xarope de xilitol e de maltitol.

[0091] Os insumos são obtidos pela reciclagem contínua de uma fração do material solidificado que é produzido. Partículas de um sólido de xilitol cristalino qualquer podem ser utilizadas para fornecer insumos para a granulação inicial.

[0092] Nenhum esforço particular é feito para controlar a temperatura do granulador.

[0093] O granulador gira a uma velocidade de aproximadamente 6,5 rotações por minuto, sua inclinação

sendo de 30°, o que permite obter granulados que têm um diâmetro médio de aproximadamente 500 µm a 10000 µm.

[0094] Após essa etapa de granulação, esses granulados são maturados em uma estufa a 70°C durante 30 a 40 minutos.

[0095] Os granulados maturados assim obtidos apresentam uma composição 90/10 em xilitol/maltitol e são secos em uma camada fluidificada, utilizando o ar a aproximadamente 45°C, depois submetidos a uma moagem grosseira.

[0096] Os granulados assim tratados aparecem sob a forma de um pó contendo aproximadamente 0,37% de umidade residual.

[0097] O pó seco é em seguida peneirado, e constitui o pó que contém partículas cristalinas de xilitol e de maltitol, de acordo com a invenção.

[0098] A velocidade de solubilização, tal como medida segundo o teste A, é de 23 segundos, e o valor de dureza determinada segundo o teste B é de 95 N.

[0099] A tabela III a seguir apresenta os resultados das medidas feitas segundo o teste C.

Tabela III

100 g de pó utilizado	
Fração 100 - 1000 µm	
Massa volumétrica aparente antes do compactar (g/ml)	0,794
V ₀ médio (ml) em 3 medidas	126
V ₁₀ médio (ml) em 3 medidas	118
V ₅₀₀ médio (ml) em 3 medidas	108
V ₁₂₅₀ médio (ml) em 3 medidas	108

[00100] A massa volumétrica aparente do produto a granel é assim de 0,794 g/ml e a massa volumétrica aparente do produto compactado de 0,926 g/ml.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para fabricação de pó contendo partículas cristalinas de xilitol e de um outro poliol além de xilitol, **caracterizado** por compreender as etapas de

- a) fornecer grãos à base de xilitol;
- b) fornecer um xarope de xilitol e de um outro poliol além de xilitol, o dito xarope apresentando um teor de sólidos de 95% em peso, um teor de xilitol de 85 a 97,5% em peso com base no teor de sólidos e um teor do dito um outro poliol de 15 a 2,5% em peso com base no teor de sólidos;
- c) fornecer sementes contendo xilitol;
- d) dispersar continuamente, em um recipiente rotativo aberto, as sementes contendo xilitol e o xarope de xilitol e de pelo menos um outro poliol nos grãos à base de xilitol, em uma dada razão ponderal semente/xarope, para obter grãos à base de xilitol revestidos por uma mistura de sementes contendo xilitol e de xarope de xilitol e do dito um outro poliol;
- e) recuperar os grãos à base de xilitol da etapa d) do recipiente rotativo aberto; e
- f) cristalizar o xilitol e o dito um outro poliol dos ditos grãos à base de xilitol da etapa e) para obter o pó contendo partículas cristalinas de xilitol e de pelo menos um outro poliol;

em que o dito um outro poliol é selecionado dentre o grupo que consiste em treitol, eritritol, arabitol, ribitol, sorbitol, manitol, maltitol, maltotriitol, maltotetraitol, lactitol, isomaltulose hidrogenada, glicerol e hidrolisados de amido hidrogenados, sozinhos ou combinados.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo o dito um outro poliol ser selecionado do grupo que consiste em sorbitol, maltitol, manitol e isomaltulose hidrogenada, sozinhos ou combinados.

3. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo xarope de xilitol e do dito um outro poliol ser introduzido no recipiente em uma forma subdividida.

4. Processo, de acordo com a reivindicação 3, **caracterizado** pelo xarope de xilitol e do dito um outro poliol ser introduzido sob a forma de gotas.

5. Processo, de acordo com a reivindicação 3, **caracterizado** pelo xarope de xilitol e do dito um outro poliol ser introduzido sob a forma de jatos.

6. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo eixo de rotação do recipiente estar inclinado em relação ao plano horizontal.

7. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelos grãos à base de xilitol e do dito um outro poliol serem recuperados por transbordamento na saída do recipiente.

8. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** por grãos tendo um diâmetro de 100 a 10.000 µm serem recuperados.

9. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** por um xarope de xilitol e do dito um outro poliol, apresentando um teor de sólidos de 95% em peso, ser levado a uma temperatura de 80 °C e ser continuamente misturado com sementes contendo xilitol, a razão ponderal semente/xarope, as dimensões, a orientação do eixo de rotação e a velocidade de rotação do recipiente sendo selecionadas de tal forma que o produto recuperado a partir

do recipiente apareça sob a forma de grãos possuindo um diâmetro de 100 a 10.000 µm.

10. Processo, de acordo com a reivindicação 9, **caracterizado** pela razão ponderal semente/xarope ser de 1/1.

11. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo recipiente ser na forma de um tambor ou reservatório aberto tendo um fundo essencialmente plano.

12. Processo, de acordo com a reivindicação 11, **caracterizado** pelo eixo de rotação do recipiente formar um ângulo de 25 a 45° em relação ao plano horizontal.

13. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelos grãos de xilitol e do dito pelo menos um outro poliol recuperados serem maturados a fim de aumentar sua cristalinidade, mantendo os grãos a uma temperatura de 5 a 90 °C durante 1 a 20 horas, mantendo os grãos em movimento em uma corrente de ar.