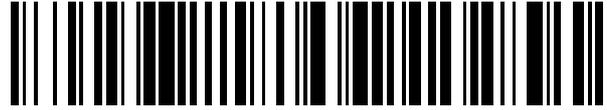


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 238 963**

51 Int. Cl.:

A61K 9/50 (2006.01)

A61K 9/51 (2006.01)

A61K 9/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA MODIFICADA
TRAS OPOSICIÓN

T5

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.11.2000 E 00125893 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea modificada tras oposición: **02.11.2016 EP 1106174**

54 Título: **Composiciones que contienen vitaminas solubles en grasas**

30 Prioridad:

09.12.1999 EP 99124519

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

04.04.2017

73 Titular/es:

**DSM IP ASSETS B.V. (100.0%)
HET OVERLOON 1
6411 TE HEERLEN, NL**

72 Inventor/es:

**CHEN, CHYI-CHENG y
LEUENBERGER, BRUNO**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 238 963 T5

DESCRIPCIÓN

Composiciones que contienen vitaminas solubles en grasas

5 La presente invención se refiere a nuevas composiciones especialmente composiciones en polvo y composiciones en forma de emulsión, útiles para producir bebidas suplementadas con vitaminas y minerales nutritivos que contienen vitamina E y otras vitaminas solubles en grasas.

10 Las bebidas deportivas tales como el GATORADE® y aguas suplementadas con vitaminas, son bebidas en las que es de interés la adición de vitaminas. También son de interés las bebidas usadas para restaurar los electrolitos perdidos a través de la diarrea, por ejemplo, la Pedialyte®. También son de interés las bebidas carbonatadas tales como las aguas de seltz saborizadas, bebidas carbonatadas o bebidas minerales así como también zumos no carbonatados de frutas y vegetales, ponches y formas concentradas de estas bebidas. Al suplementar estas bebidas es a menudo deseable conservar la transparencia óptica de la bebida. Las vitaminas solubles en grasas para suplementos están disponibles en muchas formas, pero cuando se añaden a las bebidas, tienden a incrementar la turbidez visible. El anillado, es decir, la formación de una capa separada de vitamina soluble en grasas en la parte superior del líquido es también un problema que a menudo tiene lugar en el reforzamiento de las bebidas con vitaminas solubles en grasas. Un medio de añadir vitaminas solubles en grasas a las bebidas sin aumentar significativamente la turbidez o anillado, es el encapsulado de las vitaminas en liposomas. Sin embargo, este es un proceso costoso, y la concentración de sustancia activa en el liposoma tiene tendencia a ser bajo.

25 Un objeto de la presente invención es proporcionar una composición en polvo de vitaminas solubles en grasas, que pueda añadirse a las bebidas en una cantidad restauradora o nutricionalmente suplementaria, preferentemente sin afectar la transparencia óptica de la bebida y sin alterar las propiedades sensoriales de la bebida a la que se añade. En particular, la composición en polvo no causa anillado alguno y potencia la biodisponibilidad.

Otro objeto de la presente invención es una composición en forma de emulsión que comprende una vitamina soluble en grasas, un componente de la matriz como se define en el presente documento a continuación y agua.

30 Otro objeto de la presente invención son comprimidos elaborados a partir de, o respectivamente que comprenden, la composición en polvo de esta invención. Los comprimidos de esta invención pueden disolverse en un líquido sin ocasionar ningún anillado.

35 Otro objeto de la presente invención son bebidas, mediante las que se quiere dar a entender líquidos destinados al consumo humano o animal, elaboradas a partir de, o respectivamente que comprenden, la composición en polvo de esta invención en la que las vitaminas solubles en grasas están presentes en una cantidad nutricionalmente suplementaria o restauradora. Otro objeto de la presente invención es un método para producir dicha composición en polvo.

40 Otro objeto de la invención son productos alimenticios que comprenden la composición en polvo de esta invención.

45 La presente invención se define en las reivindicaciones. Específicamente, la presente invención se refiere a una composición en polvo que comprende por lo menos una vitamina soluble en grasas caracterizada por que dicha vitamina se encuentra dispersa en una matriz de una goma de polisacárido natural o una mezcla de dichas gomas que tienen una capacidad emulsionante y en la que dicha vitamina soluble en grasas está presente en dicha composición en polvo en forma de gotitas que tienen un diámetro medio dentro del intervalo de 70 a 120 nm, en la que la relación de vitamina soluble en grasas al componente de la matriz es de 1:8 a 1:10.

50 Un polvo preferido de esta invención comprende gotitas de vitaminas solubles en grasas con un diámetro medio dentro del intervalo de de 80 a 120 nm. El más preferido es un tamaño medio de las gotitas de aproximadamente 100 nm de diámetro.

55 La composición en polvo puede incluir una vitamina única o más de una vitamina. La vitamina puede ser en forma pura o puede estar en un diluyente tal como un aceite comestible. Las composiciones en polvo de esta invención contienen gotitas de vitamina de un tamaño muy pequeño. Como resultado, las composiciones pueden ser añadidas a un líquido sin causar anillado. Además, mejora la biodisponibilidad. También, las composiciones preferidas de esta invención pueden añadirse a un líquido transparente sin aumentar significativamente su turbidez.

60 El polvo de esta invención se compone de partículas que comprenden por lo menos una vitamina soluble en grasas dispersada en una matriz que comprende por lo menos una goma de polisacárido natural con capacidad emulsionante. La goma natural de polisacáridos con capacidad emulsionante como se usan como materiales para la matriz, de acuerdo con la presente invención, son llamadas también "matriz" o "componente(s) de la matriz". Estas partículas pueden ser de varios tamaños, pero todas ellos son por lo menos suficientemente grandes para tener una estructura a través de la cual se distribuyen las pequeñas gotas individuales de vitamina soluble en grasa. Estas partículas tienen un tamaño de varios centenares de micras. Las gotitas de vitamina tienen un tamaño medio dentro del intervalo de 70 a 120 nm en diámetro o incluso menos. Las gotitas pueden contener la vitamina soluble en

grasas en forma pura, o la vitamina soluble en grasas en un medio o diluyente adecuado como p. ej., un aceite comestible. Las gotitas pueden también contener una mezcla de dos o más diferentes vitaminas solubles en grasas. Cuando el polvo se añade a un líquido, la estructura predominante de las gotitas resultantes dentro del líquido es un núcleo de vitamina revestido por una interfaz del componente de la matriz entre la vitamina y el medio acuoso.

El tamaño de la gotita se determina convenientemente mediante la técnica de dispersión de la luz usando un instrumento tal como el Malvern ZetaSizer 3, que proporciona un tamaño medio de la gotita (la media "Z"). Este método es conocido en la técnica y se describe en varias referencias, por ejemplo en Particle size Distribution, ACS Symposium Series 332, Ed. T. Provder, American Chemical Society, Washington, DC; 1987. Por lo tanto, una composición en polvo de esta invención contiene gotitas que consisten en vitamina soluble en grasas con un tamaño medio de la gotita de 70 a 120 nm de diámetro medido por la técnica de dispersión de la luz.

La transparencia óptica puede estimarse por una comparación visual, tal que si no existe ninguna turbidez añadida visible significativa, el líquido ha conservado su transparencia óptica. La transparencia óptica (turbidez) puede medirse exactamente con el turbidímetro. Para determinar la turbidez, se dispersa una muestra, con agitación, en agua o bebidas. Después de completarse la dispersión, que normalmente toma unos pocos minutos o más, (hasta completar la dispersión como se ha determinado a continuación), la turbidez del líquido resultante se mide usando un turbidímetro como el que está disponible de Orbeco Analytical Systems, Inc., Farmingdale, NY. La dispersión completa se indica cuando se obtiene una lectura constante de la turbidez. La turbidez se mide dirigiendo un haz de luz dentro de una célula que contiene la muestra de prueba, midiendo la cantidad de luz que se refleja en un ángulo de 90 grados por algunas gotitas presentes en la muestra y comparándola con la luz dispersada por una suspensión de referencia convencional. La intensidad de la luz reflejada a 90 grados se mide con un fotodetector adecuado, se amplifica y se representa en un lector de salida digital. La cantidad de luz reflejada es directamente proporcional al grado de turbidez. Se usa habitualmente la NTU (unidad nefelométrica de turbidez) para describir los resultados de la medición de la turbidez usando un turbidímetro. Una mayor NTU significa una mayor turbidez.

Cualquier turbidímetro convencional proporcionará mediciones de la NTU equivalentes. Para los fines de esta invención, una NTU de diez o menos es ópticamente transparente. Por ejemplo, la NTU de la mayoría de zumos de manzana comerciales investigados es aproximadamente de 5. Un líquido ópticamente transparente al que se le ha añadido una composición en polvo preferida de esta invención tendrá preferentemente una NTU resultante de no más de cuarenta NTU y preferentemente de diez a veinte NTU. Las composiciones de esta invención pueden también añadirse a líquidos que no son ópticamente transparentes. En este caso el aumento de la turbidez no tiene interés. El anillado no tiene lugar. También puede aumentar la biodisponibilidad de la vitamina. La invención contempla las composiciones en polvo que cuando se añaden a un líquido proporcionan gotitas con una media de 70 a 120 nm, con mayor preferencia 80 a 120 nm, y con la mayor preferencia aproximadamente 100 nm. Cuando el líquido es ópticamente transparente entonces el líquido permanece para todos los fines prácticos ópticamente transparente después de la adición de una composición en polvo de acuerdo con esta invención.

Las gomas de polisacáridos naturales con capacidad emulsionante como se usan en esta invención se definen a continuación en el presente documento. La goma de polisacáridos como se usa en esta invención tienen suficientes propiedades emulsionantes. Esto significa que tienen suficientes propiedades emulsionantes en un contexto aceite-en-agua para emulsionar el aceite en una fina dispersión en un medio acuoso y son capaces de formar una emulsión estable de un tamaño de gotita deseado (por ejemplo 70-120 nm) en condiciones de homogeneización a alta presión. Por alta presión se entiende una presión de aproximadamente 68,95 MPa (aproximadamente 10000 psi) a aproximadamente 413,69 MPa (aproximadamente 60000 psi) e incluso mayores. Las gomas naturales de polisacáridos con capacidad emulsionante para usarse en la presente invención son conocidas por sí mismas y están comercialmente disponibles o pueden aislarse por una persona experta usando métodos convencionales. Las gomas de polisacáridos han sido descritas por ejemplo en Industrial Gums, 3ª Edición, Academic Press, Inc. 1993.

Si una goma de polisacárido seleccionada para usarse de acuerdo con la presente invención tiene capacidad emulsionante suficiente para usarse para realizar la presente invención, puede determinarse fácilmente ensayando si dicha goma de polisacáridos seleccionada puede mantener o no una emulsión como se describe adicionalmente a continuación en el presente documento. Este no es ningún problema para el experto en la materia. Brevemente, se empieza con una emulsión en bruto preparada disolviendo el componente de la matriz en un disolvente acuoso adecuado, tal como agua, y añadiendo durante la homogeneización vitaminas solubles en grasas en tales proporciones que se produce una emulsión en bruto con un contenido en sólidos (porcentaje en peso de vitamina(s) y componente de la matriz) de preferentemente no mayor del 60 %. Sin embargo, un contenido en sólidos del 70 % puede ser difícil de procesar debido a la consistencia de la emulsión. La cantidad de lípido, o contenido de lípidos, es el componente lípido del contenido de sólidos. El componente lípido puede ser vitamina pura o vitamina en un diluyente apropiado. El contenido de lípidos llega hasta el 75 % en peso o menos del contenido de sólidos. Si la emulsión resultante tiene un tamaño medio de las gotitas de la emulsión de aproximadamente 70 a aproximadamente 120 nm, después de un proceso de hasta aproximadamente un centenar de ciclos de emulsificación (pasos) a una presión de aproximadamente 69,95 a 413,69 MPa (de aproximadamente 10000 a aproximadamente 60000 psi), después el componente de la matriz es adecuado para ser empleado en esta invención. El componente de la matriz debe producir también una emulsión que permanece estable por lo menos hasta la realización de la próxima etapa de preparación, que preferentemente es secado por pulverización.

Preferentemente el componente de la matriz debe ser por lo menos aceptable para el consumo animal. Los componentes de la matriz preferidos para el consumo humano deben ser GRAS ("reconocido en general como seguro") o sea que son un material aprobado para el consumo alimenticio, como se determina por varias agencias reguladoras en todo el mundo.

5 Una "goma de polisacárido natural que tiene una capacidad emulsionante", dentro del significado de la presente invención es preferentemente, una goma de polisacáridos originaria de fuentes vegetales, animales o microbianas y que no ha sido intencionalmente sometida a modificaciones químicas para alterar su estructura química. Pueden usarse toda clase de gomas tales como gomas de exudación, gomas de algas, gomas de semillas o gomas
10 microbianas, para efectuar la presente invención con la condición de que tengan una capacidad emulsionante y, en dependencia del uso deseado, sean por lo menos, aceptables para el consumo animal o preferentemente sean GRAS o sean un material aprobado para el consumo alimenticio como se determina por varias agencias reguladoras de todo el mundo.

15 Ejemplos de gomas de polisacáridos naturales son la goma arábica, goma de semilla de lino, goma ghatti, goma de tamarindo y arabinogalactano. Se prefiere la goma arábica, la goma ghatti y el arabinogalactano. La más preferida es la goma arábica. Estas gomas tienen una suficiente acción emulsionante. Disminuyen la tensión interfacial en las emulsiones aceite en agua y al mismo tiempo aumentan la viscosidad de la fase acuosa.

20 Generalmente es difícil el manejo de soluciones acuosas de gomas de polisacáridos a concentraciones mayores del 5 %. Sin embargo, hay excepciones. La goma arábica por ejemplo, se disuelve más bien rápidamente, cuando se agita en agua incluso a concentraciones mayores del 5 %. El grado calidad de la goma arábica proporciona soluciones incoloras de sabor suave.

25 Las gomas industriales útiles para llevar a cabo la presente invención pueden contener varias cantidades de sustancias añadidas, tales como sales inorgánicas. La especificación del producto varía a menudo de acuerdo con el origen vegetal, método de producción o aplicación deseada. Para el experto en la materia, tales variaciones son normales y no presentan ningún problema para la aplicación de dichas gomas de acuerdo con la presente invención.

30 El componente de la matriz de la presente invención puede ser, como se ha descrito, una goma natural de polisacáridos con capacidad emulsionante.

El componente de la matriz puede comprender una goma de polisacárido natural con capacidad emulsionante o una
35 mezcla de diferentes gomas de polisacáridos naturales que tienen una capacidad emulsionante sin la mezcla de ninguna proteína.

Como vitaminas solubles en grasas, se contemplan en la presente invención la vitamina E o sus ésteres (por ejemplo el acetato de vitamina E), la vitamina A o sus ésteres (por ejemplo el acetato de vitamina A y el palmitato de vitamina A), la vitamina K (fitomenadiona) y la vitamina D3 (colecalfiferol). La vitamina E o sus ésteres es la vitamina
40 soluble en grasas preferida, siendo el acetato de vitamina E el más preferido. Dichas vitaminas son fácilmente adquiribles en fuentes comerciales. También pueden prepararse por métodos convencionales mediante una persona experta en la materia. Las vitaminas pueden usarse en forma pura o en un diluyente adecuado, tal como una grasa o aceite comestible (p. ej., el aceite de soja). Por lo tanto, las gotitas del polvo de esta invención pueden contener una o más vitaminas en un estado puro o en un diluyente apropiado.

45 Por lo tanto, una composición en polvo preferida comprende gotitas de una vitamina soluble en grasas que se dispersan en un componente de la matriz como se ha descrito anteriormente, en la que

- 50 (i) las gotitas tienen un diámetro medio dentro del intervalo de 70 a 120 nm, más preferentemente de 80 a 120 nm, más preferentemente aproximadamente 100 nm;
- (ii) la vitamina soluble en grasas se selecciona del grupo formado por la vitamina E o sus ésteres, la vitamina A o sus ésteres, la vitamina K y la vitamina D3; y
- (iii) el componente de la matriz comprende una goma de polisacárido natural con capacidad emulsionante.

55 Más preferentemente la vitamina soluble en grasas es el acetato de vitamina E y la matriz se selecciona entre la goma arábica, goma ghatti y preferentemente a partir de goma arábica.

La composición de esta invención puede comprender de aproximadamente el 0,5 al 75 % en peso de vitamina soluble en grasas ("potencia" de la composición) y del 99,5 al 25 % en peso de componente de la matriz, con
60 respecto a la base de peso en seco, el peso total de los componentes que suman hasta el 100 % en peso.

Un porcentaje preferido de vitamina soluble en grasas es del 15 % al 40 %, más preferentemente aproximadamente el 25 % en peso, respecto al peso total de todos los componentes presentes en la composición, con lo que dicha composición como producto en polvo final tiene habitualmente un contenido en humedad del 1 al 3 % en peso.

65

La composición puede contener solamente vitamina y componentes de la matriz en porcentajes hasta completar el 100 %. La composición puede también contener una pequeña cantidad de agua residual. La cantidad de agua residual depende de la tecnología de secaje usada, que será evidente para un profesional experto. Una cantidad típica de agua residual es hasta aproximadamente el 4,0 % en peso. Alternativamente, pueden añadirse otros ingredientes estándar a una composición en polvo de vitamina, por ejemplo, protectores de la vitamina como la sucrosa o la maltodextrina, solas o en combinación, y/o antioxidantes, y las cantidades de vitamina y componente de la matriz se ajustan en consecuencia. Es parte por lo tanto de esta invención también, una composición en donde el ratio de vitamina soluble en grasas respecto al componente de la matriz es desde aproximadamente 1:99 a 3:1. Una composición preferida comprende del 15 al 40 por ciento en peso de vitamina soluble en grasas y de aproximadamente el 60 al 85 % en peso de componente de la matriz. La proporción de vitamina soluble en grasas respecto al componente de la matriz es de 1:8 a 1:1, preferentemente 1:5,7 a 1:1,5. En una composición particularmente preferida, la vitamina soluble en grasas es la vitamina E o el acetato de vitamina E y el componente de la matriz es la goma arábica.

También es parte de esta invención una composición en forma de emulsión que comprende una vitamina soluble en grasas; un componente de la matriz como se ha definido anteriormente, opcionalmente un conservante y agua, en la que las gotitas de la emulsión no tienen más de aproximadamente 70 a aproximadamente 120 nanómetros de diámetro.

Una emulsión preferida comprende del 5 % al 20 % en peso de vitamina soluble en grasas, preferentemente del 7,5 % al 20 %; del 30 % al 40 % en peso de componente de la matriz, y del 50 % al 55 % de agua, en el que el % en peso de todos los componentes suman hasta el 100 %.

Esta emulsión es útil para la preparación de la composición en polvo de la presente invención. El componente de la matriz preferido es como se ha definido anteriormente. Una vitamina preferida es la vitamina E y su acetato. Cuando se incluyen otros componentes tales como conservantes, el tanto por ciento de vitamina, del componente de la matriz y del agua se ajustan correspondientemente.

Los comprimidos, en particular comprimidos efervescentes, son parte de la presente invención. Tales comprimidos comprenden una vitamina soluble en grasas y el componente de la matriz como se ha definido anteriormente, y se obtienen preferentemente a partir de una composición en polvo de acuerdo con esta invención y como se describe en el presente documento mediante la formulación de la composición en comprimidos efervescentes mediante los medios convencionales de obtención de comprimidos. Cuando se añade a un líquido como p. ej., el agua, agua mineral o una bebida, el comprimido se disuelve y proporciona un líquido cuyo contenido en vitamina soluble en grasas no causa anillado, lo que significa la separación de una capa de vitamina soluble en grasas en la parte superior del líquido. Los comprimidos de esta invención pueden elaborarse a partir de cualquier composición en polvo descrita en el presente documento, por ejemplo, composiciones en la que la matriz preferida es una goma como se ha definido anteriormente, especialmente la goma arábica, arabinogalactano, goma ghatti, preferentemente goma arábica y una vitamina preferida es la vitamina E y su acetato.

Esta invención se refiere también a una bebida obtenible a partir de una composición en polvo o una emulsión como se ha descrito anteriormente. La presente invención se refiere también a bebidas que comprenden una mezcla de:

- (i) un componente de la matriz como se ha definido anteriormente, y una cantidad suplementaria nutricional de una vitamina soluble en grasas en forma de gotitas con un tamaño medio de 70 a 150 nm de diámetro; y
- (ii) un zumo que comprende un líquido y/o agua, y opcionalmente un saborizante, hasta completar el 100 % en peso de bebida.

Se prefieren aquellas bebidas como se han descrito anteriormente, en las que:

- (i) la vitamina soluble en grasas se selecciona entre el grupo formado por la vitamina E o sus ésteres, la vitamina A o sus ésteres, la vitamina K y la vitamina D3.
- (ii) la matriz es una goma como se ha descrito anteriormente, especialmente, goma arábica, arabinogalactano, goma ghatti, preferentemente goma arábica.

La más preferida es una bebida en la que la vitamina soluble en grasas es el acetato de vitamina E y la matriz es la goma arábica. Una cantidad preferida de vitamina es de 2 a 12 mg de vitamina E por 100 gramos de líquido. Una cantidad especialmente preferida es de 3,2 a 8,0 mg por 100 gramos. La más preferida es aproximadamente 6,0 mg por 100 gramos.

El líquido para una bebida típica puede ser aproximadamente el 3 % de zumo de frutas y el 97 % de agua o 0,05 % de saborizante, 1,95 % de zumo de frutas y 98 % de agua. Edulcorantes, conservantes, estabilizadores y otros componentes ya conocidos de las bebidas, pueden estar incluidos en la bebida. Cuando se incluyen estos componentes, el porcentaje de zumo, saborizante y agua se ajustan en consecuencia.

En el caso de las bebidas transparentes, las bebidas preferidas deben tener una transparencia óptica que no difiera significativamente de su transparencia óptica antes de la adición del polvo, por ejemplo que no aparezca significativamente más turbio en la inspección visual.

5 Esta invención se refiere también a una bebida que comprende una mezcla de (i) una cantidad suplementaria nutricional de una vitamina soluble en grasas y un componente de la matriz, como se ha definido anteriormente en el presente documento, y (ii) un zumo que comprende un líquido y/o agua, y, opcionalmente, un saborizante hasta completar un peso total del 100 %, la cual bebida tiene una transparencia óptica no mayor de 20 NTU cuando contiene hasta 6 mg de vitamina en 100 g de líquido.

10 Las bebidas de esta invención se obtienen preferentemente añadiendo a la bebida una composición en polvo de esta invención. Añadiendo una composición en polvo de esta invención a un líquido no es necesario ningún procedimiento especial ni ningún mezclado intensivo. El polvo puede simplemente añadirse al líquido y mezclarse sacudiendo o agitando hasta que las partículas de polvo ya no son visibles a simple vista. Cualquiera o muchas de las composiciones en polvo de esta invención pueden añadirse a una bebida como se ha descrito en el presente documento, para obtener una bebida de esta invención, p. ej., una bebida enriquecida. Por ejemplo, la vitamina soluble en grasas puede ser una o más entre la vitamina E o sus esteres, la vitamina A o sus ésteres, la vitamina K, y la vitamina D₃, especialmente la vitamina E y el acetato de vitamina E. La matriz puede ser como se ha definido anteriormente incluyendo los componentes preferidos de la matriz.

20 Las vitaminas solubles en grasas pueden añadirse en una cantidad restauradora, es decir, la suficiente vitamina para reemplazar la vitamina naturalmente presente en una bebida tal como un zumo o leche, vitamina que se ha perdido o inactivado durante el procesado. Las vitaminas solubles en grasas pueden también añadirse en una cantidad suplementaria nutricional, es decir, una cantidad de vitamina considerada conveniente para un niño o adulto para consumir, basada en los RDA u otros estándares similares, preferentemente de una a tres veces el RDA (cantidad diaria recomendada). Una cantidad suplementaria nutricional de una vitamina soluble en grasas puede determinarse fácilmente por una persona experta en la técnica para obtener la cantidad deseada de enriquecimiento de un líquido, p. ej., una bebida, basada en los RDA y otros muchos estándares. Una cantidad preferida de vitamina E es de 2 a 12 mg de vitamina E por 100 gramos de líquido. Una cantidad especialmente preferida es 3,2 a 8,0 mg por 100 gramos de líquido. La más preferida es aproximadamente de 6,0 mg por 100 gramos de líquido. Así pues, las composiciones en polvo de esta invención, pueden añadirse a una bebida para proporcionar una concentración de vitamina E desde 2 a 12 mg o 3,2 a 8,0 mg por 100 gramos de líquido. En el caso de vitaminas solubles en grasas que tienen una mayor potencia que la vitamina E, se prefiere formular la composición en polvo de forma que puedan añadirse de 2 a 12 mg de dicha vitamina por 100 gramos de diluyente (p. ej., aceite comestible). Esto significa que la vitamina se diluye en el diluyente de forma que de 2 a 12 mg de vitamina por 100 g de diluyente proporciona una cantidad suplementaria nutricional adecuada, por ejemplo, un múltiplo de la RDA, preferentemente de 1 a 3 veces la RDA. Por ejemplo, la RDA para la vitamina D₃ son 400 UI. Por lo tanto, una composición de vitamina D₃ de esta invención debería contener preferentemente del 15 % al 40 % en peso de 400 UI de vitamina D₃ en el diluyente. Lo mismo sería aplicable a otras vitaminas solubles. Alternativamente puede emplearse la propia vitamina en forma no disuelta para preparar la composición en polvo. Si la dilución es necesaria o no, dependerá de la potencia de la vitamina. A un profesional experto le será familiar deducir esta necesidad con ayuda de las formulaciones apropiadas.

45 La cantidad de composición en polvo a añadir depende de la potencia del polvo, es decir, la cantidad de vitamina contenida en el polvo, que en esta invención puede oscilar del 0,5 % al 75 % en peso. Los polvos preferidos tienen una potencia del 25 % al 40 %. Los polvos con gotitas de tamaños más pequeños, generan en general menos turbidez en el líquido. En base al tamaño de la gotita y del deseado nivel de enriquecimiento y turbidez, la persona experta debe ser capaz de determinar la cantidad de polvo que hay que añadir en función de su potencia para alcanzar la transparencia óptica deseada. Si una bebida que hay que suplementar ya es turbia en origen, después el aumento de las NTU es menos probable que tenga que preocuparnos y puede aceptarse un intervalo más amplio de turbidez adicional.

50 Las bebidas de esta invención pueden ser bebidas carbonatadas p. ej., las aguas de seltz saborizadas, bebidas suaves o bebidas minerales, así como zumos no carbonatados, ponches y formas concentradas de estas bebidas. También están contempladas las bebidas, especialmente zumos y bebidas de cola, que están carbonatadas a manera de bebidas suaves, así como también bebidas "no carbonatadas" y néctares y bebidas concentradas o concentrados de bebidas que contienen por lo menos aproximadamente el 45 % en peso de zumo.

60 A modo de ejemplo, los zumos de frutas y sabores de fruta usados en el presente documento incluyen la uva, pera, granadilla, ananás, plátano o puré de plátano, albaricoque, naranja, limón, pomelo, manzana, arándano, tomate, mango, papaya, lima, mandarina, cereza, frambuesa, zanahoria y mezclas de los mismos. Adicionalmente, pueden emplearse saborizantes artificiales, p. ej., cola o saborizantes naturales derivados de estos zumos. Saborizantes de chocolate y otros sabores no frutales pueden también emplearse para preparar bebidas que contienen el suplemento de vitamina y de minerales. Adicionalmente, la leche, obtenida de vacas o sintética, se contempla como una bebida a la cual pueden añadirse composiciones en polvo de esta invención. La leche puede por sí misma contener otros componentes de bebidas, en particular aromatizantes tales como el chocolate, café o fresa. Como se usa en el

presente documento la expresión "producto de zumo" se refiere tanto a las bebidas de frutas y vegetales como a los concentrados de zumos de frutas y vegetales que comprenden por lo menos aproximadamente 45 % de zumo de frutas. Los vegetales cuando se emplean en este documento incluyen tanto partes de plantas comestibles no frutales p. ej., tubérculos, hojas, cortezas, como también si no se indica otra cosa, granos, nueces, judías y retoños que se añaden como saborizantes de zumos o bebidas.

Las bebidas deportivas también se contemplan como bebidas que pueden suplementarse mediante composiciones en polvo de la presente invención. Las bebidas deportivas típicas contienen agua, jarabe de sucrosa, jarabe de glucosa, fructosa, y saborizantes naturales o artificiales. Estas bebidas pueden contener también ácido cítrico, citrato de sodio, fosfato monopotásico, así como también otros materiales que son útiles para restaurar los electrolitos perdidos durante la transpiración.

Como se usa en el presente documento, la expresión "bebida de zumo" se refiere a un producto de zumo de frutas o vegetales de baja concentración, que está en una forma bebible lista para ser servida. Las bebidas de zumos de la presente invención pueden ser del tipo "alta concentración" que típicamente contienen por lo menos aproximadamente el 95 % de zumo. Las bebidas de zumo de alta concentración incluyen también aquellos productos del 100 % de zumo tales como por ejemplo, naranja, limón, manzana, frambuesa, cereza, albaricoque, pera, pomelo, uva, lima, mandarina, zanahoria, ananás, melón, mango, papaya, granadilla, plátano y puré de plátano, arándano, tomate, zanahoria, berza, apio, pepino, espinacas y mezclas varias de los mismos. Las bebidas de zumo incluyen también los extendidos productos de zumos que reciben el nombre de "néctares". Estos productos de zumos extendidos comprenden típicamente de aproximadamente el 50 % a aproximadamente el 90 % de zumo, preferentemente de aproximadamente el 50 % a aproximadamente el 70 % de zumo. Los néctares tienen añadidos habitualmente azúcares o edulcorantes artificiales o sustitutos de carbohidratos. Como se usa en el presente documento, la expresión "zumo de cítricos" se refiere al zumo de frutas seleccionados entre el zumo de naranja, zumo de limón, zumo de lima, zumo de pomelo, zumo de mandarina y mezclas de los mismos.

Como se usa en el presente documento, la expresión "materiales de zumo" se refiere a zumo concentrado de frutas o vegetales, más otros materiales de zumos tales como aroma y sabor volátiles de zumos, aceites de cortezas y pulpa o pulpa de manzana. Como se usa en el presente documento, la expresión "concentrado de zumo" se refiere a un producto de zumo de frutas o vegetales, el cual, cuando se diluye con la cantidad apropiada de agua forma bebidas de zumo para beber. Los concentrados de zumo dentro del ámbito de la presente invención, están típicamente formulados para proporcionar bebidas para beber cuando se diluyen con 3 a 5 partes en peso de agua.

Como se usa en el presente documento, "concentrado de bebida" o "jarabe embotellado" se refiere a una mezcla de saborizantes, agua y aproximadamente del 10 % a aproximadamente el 60 % de azúcar o un sustituto de hidratos de carbono, es decir, sucrosa, dextrosa, sólidos de jarabe de trigo, fructosa, dextrinas, polidextrosa y mezclas de los mismos.

El componente saborizante de las bebidas y concentrados de bebidas contiene saborizantes seleccionados entre saborizantes de frutas, saborizantes de vegetales, saborizantes botánicos y mezclas de los mismos. Como se usa en el presente documento, la expresión "saborizante de frutas" se refiere a aquellos saborizantes derivados de la parte reproductora comestible de una planta de semilla, especialmente aquellas que tienen una pulpa dulce asociada con la semilla, y "saborizante vegetal" se refiere a saborizantes derivados de otras partes comestibles de plantas de semilla y otras plantas. También están incluidos dentro de la expresión "saborizante de frutas" y "saborizante de vegetales" aquellos saborizantes preparados sintéticamente obtenidos para simular los sabores de frutas y vegetales derivados de fuentes naturales. Saborizantes de frutas particularmente preferidos son los saborizantes de cítricos incluyendo los saborizantes de naranja, limón, lima y pomelo. Junto con los saborizantes de cítricos, pueden emplearse también una variedad de otros saborizantes de frutas como p. ej., manzana, uva, cereza, ananás, mango, papaya y similares. Estos saborizantes de frutas pueden derivarse de fuentes naturales tales como zumos y esencias saborizantes, o pueden prepararse sintéticamente. Como se usa en el presente documento, la expresión "saborizante botánico" se refiere a saborizantes derivados de partes de la planta distintas del fruto; es decir, derivados de nueces, cortezas, raíces y hojas, y judías tales como el café, cacao y vainilla. También están incluidos dentro de la expresión "saborizantes botánicos" los saborizantes sintéticamente preparados obtenidos para simular sabores botánicos derivados de fuentes naturales. Ejemplos de tales sabores incluyen cola, té, café, chocolate, vainilla, almendra y similar. Los saborizantes botánicos pueden derivarse de fuentes naturales tales como aceites esenciales y extractos, o pueden prepararse sintéticamente.

El componente saborizante puede comprender una mezcla de varios saborizantes, p. ej., saborizantes de limón y lima, saborizantes de cola y saborizantes de cítricos para formar saborizantes de cola, etc. Si se desea, pueden usarse zumos tales como naranja, limón, lima, manzana, uva, zanahoria, apio y zumos similares en el componente saborizante. Los saborizantes del componente saborizante están algunas veces formados dentro de las gotitas de la emulsión y a continuación se dispersan en el concentrado de la bebida. Debido a que estas gotitas tienen habitualmente una gravedad específica inferior a la del agua y en consecuencia formarían una fase separada, se emplean típicamente agentes pesantes (que pueden actuar también como agentes nubosos) para mantener las gotitas de la emulsión dispersadas en la bebida. Ejemplos de dichos agentes pesantes son los aceites vegetales bromados (BVO) y ésteres de colofonia, en particular las gomas ésteres. Ver L. F. Green, Developments in Soft

Drinks Technology, Vol. 1 (Applied Science Publishers Ltd. 1978), pág. 87-93, para una descripción adicional del empleo de agentes pesantes y nubosos en las bebidas líquidas. Al lado de agentes pesantes, pueden emplearse emulsionantes y estabilizantes de emulsiones para estabilizar las gotitas de la emulsión. La cantidad particular del componente saborizante efectiva para impartir características de sabor a las bebidas y concentrados de bebidas ("potenciado del sabor") puede depender del (de los) sabor(es) seleccionado(s), de la impresión de sabor deseada, y la forma del componente saborizante. El componente saborizante puede comprender por lo menos 0,05 % en peso de la composición de la bebida, y típicamente del 0,1 % al 2 % en peso para bebidas carbonatadas. Cuando se emplean los zumos como saborizantes, el componente saborizante puede comprender, en una base de poca concentración, hasta el 25 % de zumo de frutas del peso de la bebida, preferentemente del 5 % al 15 % de zumo respecto al peso de las bebidas carbonatadas.

El dióxido de carbono puede introducirse al agua que está mezclada con el jarabe de la bebida o en la bebida para beber después de la dilución para lograr la carbonatación. La bebida carbonatada puede colocarse en un envase como p. ej., una botella o puede sellarse después. Puede usarse cualquier metodología de carbonatación convencional para elaborar las bebidas carbonatadas de esta invención. La cantidad de dióxido de carbono introducido a la bebida dependerá del sistema de saborizante particular usado y la cantidad de carbonatación deseada. Habitualmente, las bebidas carbonatadas de la presente invención contienen de 1,0 a 4,5 volúmenes de dióxido de carbono. Las bebidas carbonatadas preferidas contienen de 2 a aproximadamente 3,5 volúmenes de dióxido de carbono.

La presente invención también es particularmente adecuada para suplementar bebidas y concentrados de bebidas, que incluyen los zumos de cítricos. Las bebidas pueden contener del 3 % al 100 % de zumo o de aproximadamente el 0,05 % a aproximadamente el 10 % de un saborizante artificial o natural, en particular, zumo de naranja. El zumo concentrado de naranja, aroma de zumo de naranja y saborizantes volátiles, pulpa y aceites de corteza usados en el método de la presente invención pueden obtenerse a partir del zumo de naranja estándar. Véase Nagy et al., *Citrus Science and Technology*, Volumen 2, (AVI Publishing Co, 1977), pág. 177-252 para el procesado estándar de naranjas, pomelos y mandarinas (Véase también Nelson et al., *Fruit and Vegetable Juice Processing Technology* (3ª Edición, AVI Publishing 1980), pág. 180-505, para el procesado estándar de zumos no cítricos, tales como manzana, uva, ananás, etc. para proporcionar fuentes de zumos y materiales de zumos para productos de zumos no cítricos).

Los zumos de diferentes fuentes con frecuencia se mezclan para ajustar la proporción azúcar a ácido del zumo. Pueden mezclarse diferentes variedades de naranjas o pueden mezclarse diferentes zumos para conseguir el sabor y la proporción azúcar a ácido deseados. Una proporción de azúcar a ácido de aproximadamente 8:1 a aproximadamente 20:1 se considera aceptable para los zumos de frutas. Sin embargo, las proporciones azúcar a ácido preferidos son típicamente de 11:1 a aproximadamente 15:1, especialmente para zumos de cítricos.

Los edulcorantes incluyen los azúcares normalmente presentes en los productos de zumos, por ejemplo glucosa, sucrosa y fructosa. Los azúcares también incluyen el jarabe de maíz rico en fructosa, jarabe invertido, alcoholes de azúcar, que incluyen sorbitol, jarabe de depuradoras y mezclas de los mismos. Además del azúcar, las bebidas de zumos extendidas de la presente invención pueden contener otros edulcorantes. Otros edulcorantes adecuados incluyen la sacarina, ciclamatos, acetosulfamo, edulcorantes de éster de alquilo inferior de L-aspartil-L-fenilalanina (p. ej., aspartamo). Un edulcorante particularmente preferido para usar en tales productos de zumos extendidos es el aspartamo. Para bebidas de zumo de baja concentración, el contenido de azúcar puede oscilar entre aproximadamente 2° y aproximadamente 16° Brix (16° Brix significa que el zumo contiene aproximadamente el 16 % de sólidos solubles, y así). Típicamente, el contenido en azúcar de tales bebidas depende de una cantidad de zumo contenido en el presente documento. Para las bebidas de alta concentración, que contienen por lo menos aproximadamente el 95 % de zumo, el contenido en azúcar es típicamente de aproximadamente 5° a aproximadamente 14° Brix. Para las bebidas de zumo extendidas que comprenden de aproximadamente el 50 % a aproximadamente el 90 % de zumo, el contenido de azúcar es típicamente de aproximadamente 8° a aproximadamente 13° Brix (sin ningún otro edulcorante) o desde aproximadamente 2° a aproximadamente 8° Brix (conteniendo otro edulcorante). Para concentrados de zumo de acuerdo con la presente invención, el contenido de azúcar puede oscilar desde aproximadamente 6° a aproximadamente 75° Brix. Típicamente el contenido de azúcar de estos concentrados de zumos es de aproximadamente 20° a aproximadamente 50° Brix. Para los concentrados de zumo de naranja, el contenido en azúcar es preferentemente de aproximadamente 35° hasta aproximadamente 50° Brix.

La cantidad del edulcorante efectivo en las bebidas de la invención depende del edulcorante particular usado y de la intensidad edulcorante deseada. Para edulcorantes sin calorías, esta cantidad varía en dependencia de la intensidad edulcorante del edulcorante particular. Para el azúcar, esta cantidad puede ser del 1 % al 14 % (típicamente del 6 % al 14 %) en peso para bebidas carbonatadas. Las bebidas preferidas contienen del 9 % al 13 % en peso de azúcar. Al determinar la cantidad de azúcar de las bebidas de la presente invención, también se incluye cualquier azúcar u otro edulcorante presente en el componente saborizante, tal como en un zumo. Las combinaciones de edulcorantes bajos en calorías que contienen un edulcorante sin calorías, tal como el aspartamo y un azúcar, tal como el jarabe de maíz rico en fructosa, pueden también usarse en las bebidas. Para jarabes de bebidas, la cantidad de azúcar en un jarabe para bebidas es de aproximadamente el 10 % a aproximadamente el 60 % y preferentemente, de aproximadamente el 40 % a aproximadamente el 60 %. Además de los edulcorantes, las bebidas pueden estar

también enriquecidas con vitaminas solubles en agua o solubles en grasas. La composición de esta invención puede añadirse a las bebidas que ya contienen o a las cuales se les añade más tarde composiciones vitamínicas que no son de esta invención.

5 Las diversas bebidas y concentrados de bebidas pueden envasarse en envases convencionales para bebidas o concentrados de bebidas en particular, que son suplementados nutricionalmente mediante la composición ópticamente transparente de vitaminas solubles en grasas. En algunos casos, los concentrados se congelan.

10 Las composiciones en polvo de esta invención también pueden añadirse a cosméticos si se desea mezclar vitaminas solubles en grasas tales como la vitamina E, en un cosmético. Si el cosmético es ópticamente transparente, las composiciones preferidas de esta invención pueden emplearse para evitar el aumento de turbidez del cosmético. Los cosméticos incluyen cualquier material designado para la aplicación a la piel, cabello, o uñas, por ejemplo productos para el cuidado de la piel tal como bálsamos, lociones o lápices, varios ungüentos, composiciones de maquillaje para emplear en la cara, ojos o labios, champús y acondiciona-dores, esmaltes para uñas, y similares. 15 Los cosméticos pueden contener otros principios activos como se usan en la industria cosmética. Las composiciones farmacéuticas destinadas para aplicación tópica en forma de ungüentos, lociones y similares también se contemplan. Las formulaciones cosméticas serán bien conocidas por la persona experta. La composición en polvo de esta invención se añade en una fase apropiada del proceso de producción de forma que la mezcla sea completa en el cosmético.

20 La composición en polvo de esta invención que comprende gotitas de una vitamina soluble en grasas, gotitas que tiene un tamaño medio de 70 a 120 nm, más preferentemente de 80 a 120 nm y más preferentemente aproximadamente de 100 nm, y que se dispersan en una matriz como se ha definido anteriormente en el presente documento, puede elaborarse mediante:

- 25 (a) combinando agua con una matriz como se ha definido anteriormente en el presente documento, durante un período de tiempo suficiente para que el componente de la matriz se disuelva en el agua;
- 30 (b) añadiendo la vitamina soluble en grasas a la solución de la etapa (a) para formar una emulsión en bruto, preferentemente una emulsión en bruto que tiene un contenido en sólidos como se ha descrito anteriormente, preferentemente de aproximadamente el 30 % a aproximadamente el 50 %, más preferentemente de aproximadamente el 45 %.
- (c) mezclando la emulsión en bruto de la etapa (b) hasta que el tamaño de las gotitas dentro de la emulsión se comprueba que es de aproximadamente 1500 nm o menos;
- 35 (d) emulsionando la emulsión en bruto de la etapa (c) a una temperatura de aproximadamente 5 °C a aproximadamente 75 °C a una presión de aproximadamente 68,95 a aproximadamente 413,69 MPa (de aproximadamente 10000 a aproximadamente 60000 psi), preferentemente de aproximadamente 172,37 MPa (aproximadamente 25000 psi) para obtener una emulsión de suplemento vitamínico, formada por gotitas con tamaños medios de 70 a 120 nm de diámetro; y
- 40 (e) secando la emulsión de la etapa (d) para obtener una composición en polvo la cual comprende pequeñas gotitas de una vitamina soluble en grasas, gotitas que tienen un tamaño medio desde aproximadamente 70 hasta aproximadamente 120 nanómetros, y están dispersadas en el componente de la matriz.

45 La etapa (a) puede efectuarse a cualquier temperatura razonable para asegurar una rápida disolución del componente de la matriz en agua y utilizar plenamente su funcionalidad. Para asegurar la completa disolución del componente de la matriz dentro de una razonable cantidad de tiempo, se prefiere calentar aproximadamente a 70 °C o 80 °C, después de lo cual la solución resultante puede enfriarse convenientemente alrededor de la temperatura ambiente o un poco mayor (aproximadamente 30 °C). Con el fin de lograr el tamaño de gotita adecuado, la etapa de emulsión (d) puede repetirse a través de uno o más pasos según sea necesario para obtener el tamaño deseado de gotita, es decir, la emulsión en bruto se pasa a un recipiente de homogeneización, se emulsiona, se saca del 50 recipiente de homogeneización y se pasa de nuevo por el depósito de homogeneización hasta que se logra el tamaño de gotita deseado. Habitualmente son necesarios por lo menos de cinco a veinte pasos. Los pasos se efectúan normalmente a la misma presión y los mismos parámetros del sistema, pero pueden emplearse diferentes presiones para los diferentes pasos (otros parámetros del sistema podrían también variarse para diferentes pasos). El periodo de tiempo para un paso no es crítico. La cantidad de tiempo por paso dependerá de los parámetros del sistema incluyendo la viscosidad de la emulsión, el tamaño del lote, la velocidad de flujo y la presión. Estos 55 parámetros dependerán del formato particular del procesado seleccionado, y pueden ser variados por una persona experta en la técnica para obtener los resultados deseados. Los pasos de emulsificación deben continuar hasta que se comprueba que se ha logrado el tamaño deseado de partícula, mediante la determinación por análisis del tamaño de partícula (por ejemplo mediante el método de difusión de la luz como se ha descrito anteriormente). Es importante que el paso de homogeneización se realice a una presión muy alta como se ha descrito anteriormente para reducir efectivamente el tamaño de las gotitas de la emulsión a un tamaño deseable. La temperatura de homogeneización medida a la salida del homogeneizador es preferentemente inferior a 70 °C. La emulsión se convierte a continuación en un polvo, mediante una tecnología ya conocida como p. ej., la liofilización, secado en lecho fluido, formación de perlititas, pero preferentemente mediante secado por pulverización, para obtener una 60 composición en polvo que comprende gotitas de una vitamina soluble en grasas, gotitas que tienen como un tamaño medio de 70 a 120 nm, con más preferencia de 80 a 120 nm, y con la mayor preferencia, de 100 nm, las cuales se 65

dispersan en una matriz de goma natural de polisacáridos o de proteína. Una composición en polvo producida mediante este proceso es parte de esta invención.

5 La emulsión final produce un polvo que tras redispersarse en un líquido, presenta generalmente un tamaño de las gotitas de la emulsión de aproximadamente 5-15 nm más grandes que el tamaño de las gotitas de la emulsión antes del secado por pulverización. Un polvo así producido, contendrá gotitas de vitamina, p. ej., de 120 nm o menos. Tal polvo cuando se añade a un líquido, proporcionará gotitas con un tamaño medio de las gotitas de 70 a 120 nm, más preferentemente de aproximadamente 100 nm. Estos tamaños de las gotitas son convenientes para la adición a bebidas a niveles de enriquecimiento de hasta 2 a 12 mg, preferentemente aproximadamente 3,2 a 10 aproximadamente 8 mg y en especial aproximadamente 6 mg de vitamina por 100 g de bebida. Como se ha descrito anteriormente, la vitamina E puede añadirse en forma pura (es decir, 6 mg de vitamina E por 100 g). Sin embargo, las vitaminas solubles en grasas más potentes, estarán preferentemente, diluidas, de forma que lo que se añade serían 6 mg de vitamina en diluyente, con mayor preferencia que 6 mg de vitamina pura. Cuando se añade, la bebida resultante no formará ningún anillado. Además, la vitamina añadida se proporciona de esta forma con una 15 biodisponibilidad superior.

Con respecto a una bebida ópticamente transparente de origen, con el fin de mantener una transparencia óptica puede añadirse una composición preferida de esta invención. La NTU de la bebida resultante no debe ser mayor de 20 30 y preferentemente alrededor de 10 a 15, especialmente a niveles más bajos de enriquecimiento. En general, a los deseados niveles de enriquecimiento, un tamaño de la gotita de aproximadamente 120 nm de diámetro es aceptable con respecto a la transparencia óptica, y no aumenta sustancialmente las NTU. En general, una gotita de pequeño tamaño puede ser preferible para emplear a un nivel alto de enriquecimiento. Por lo tanto, con respecto a minimizar la turbidez en una bebida ópticamente transparente, un polvo con un alto tamaño medio de gotitas de vitamina sería más útil a un bajo nivel de enriquecimiento, mientras que un polvo con un bajo tamaño medio de las gotitas de 25 vitamina sería preferible a un más alto nivel de enriquecimiento. A este respecto, la figura 2 proporciona una guía sobre la relación entre el tamaño de la gotita y la transparencia óptica. Como puede verse por esta mejor aproximación válida, esta relación es aproximadamente lineal de forma que cuando el tamaño de las gotitas aumenta, la NTU aumenta para el mismo nivel de enriquecido. Por lo tanto, la transparencia óptica (NTU) es una función del tamaño de las gotitas de la composición.

30 Para obtener la emulsión y el polvo de esta invención, los parámetros del proceso anterior pueden variarse dentro de los límites indicados. Las variables pertinentes son la presión y temperatura en la etapa de emulsificación, el contenido en sólidos, que es el porcentaje en peso de la(s) vitamina(s) más el componente de la matriz de la emulsión en bruto, el componente lípido del contenido de sólidos, que es el porcentaje en peso de contenido en 35 sólidos que es la(s) vitamina(s) incluyendo cualquier diluyente comestible tal como el aceite, y el número de pasos a través de la etapa de emulsificación. Estos parámetros pueden variarse dentro de la guía de esta invención, para obtener una composición en polvo que contiene gotitas de vitamina de p. ej., 120 nm o menos de diámetro, y que tiene una potencia (que es el porcentaje en peso de vitamina) del 0,5 % al 75 %, especialmente del 25 % a 40 aproximadamente el 40 %, y que proporciona unos niveles de enriquecimiento de múltiples RDA de vitamina, preferentemente aproximadamente de 1 a 3 RDA de vitamina, más preferentemente en forma de 5 a 30 mg de 40 vitamina (en forma pura, o en forma procesada en un diluyente) por 8 onzas (226,8 g) de líquido.

La potencia del polvo de esta invención se determina mediante la cantidad de vitamina soluble en grasas de la emulsión en bruto. Por ejemplo, una emulsión del 5 % al 15 % en peso de vitamina (vitamina pura o vitamina en 45 diluyente) se estima que proporcionará a grandes rasgos, un polvo con una potencia de 10 % al 30 % en peso. Sin embargo, una persona experta en la técnica será capaz de variar el contenido de la emulsión con la guía proporcionada por esta invención para obtener una potencia deseada en el polvo resultante.

En general, cuanto más baja es la presión, más pasos son necesarios para obtener una emulsión con un tamaño de 50 gotita dado. También, cuanto más alto es el contenido de lípido, más pasos son necesarios para obtener el tamaño de gotita dado. Como se ha discutido anteriormente, el tamaño de las gotitas de la emulsión determina el tamaño de las gotitas del polvo resultante y el tamaño de las gotitas en el líquido al cual el polvo se añade finalmente es aproximadamente 5-15 nm mayor que el tamaño de las gotitas de la emulsión original. La potencia del polvo es aproximadamente dos veces el contenido en lípidos (para la vitamina pura) de la emulsión. La emulsión se procesa 55 como se ha descrito anteriormente, y con más detalle a continuación, para obtener el tamaño de gotita deseado. Si se desea un alto nivel de enriquecimiento, entonces es preferible obtener un polvo con un tamaño de las gotitas en el límite inferior del intervalo. Pueden obtenerse tamaños más bajos de gotitas, aumentando la presión del procesado o el número de pasos. Si es posible aumentar la presión de procesado, entonces un número dado de pasos con la presión más alta proporcionará gotitas más pequeñas. Sin embargo, si la presión no puede aumentarse 60 (por ejemplo, si el límite superior para el equipo que se está usando es de 103,42 Mpa (15000 psi)), después puede obtenerse el mismo resultado, aumentando el número de pasos.

Con respecto a la obtención de un polvo que contiene gotitas de un tamaño que proporciona una turbidez aceptable para el nivel de enriquecimiento deseado, el tamaño de las gotitas resultantes de la adición del polvo, es la variable 65 más importante. Es posible añadir menos cantidad de un polvo de alta concentración que de un polvo de baja concentración para lograr el mismo nivel de enriquecimiento, pero si el polvo de mayor concentración tiene un

tamaño de gotita mayor, entonces el hecho de que se añada menos cantidad de este polvo no anulará el efecto del tamaño de las gotitas y resultará una mayor turbidez.

5 Para obtener composiciones en polvo de esta invención, pueden variarse los parámetros anteriores dentro de los siguientes límites: El intervalo de presión es de aproximadamente 68,95 MPa (aproximadamente 10000 psi) a aproximadamente 413,69 MPa (aproximadamente 60000 psi), preferentemente de aproximadamente 137,90 MPa (aproximadamente 20000 psi) a aproximadamente 241,32 MPa (aproximadamente 35000 psi) y especialmente de aproximadamente 206,84 MPa (aproximadamente 30000 psi). El contenido en sólidos preferentemente no es mayor del 60 %. Una emulsión en bruto preferida tiene un contenido en sólidos de aproximadamente el 30 % a aproximadamente el 50 %, preferentemente aproximadamente del 45 %, y un contenido en lípidos preferido es de aproximadamente el 10 % a aproximadamente el 50 %. Una concentración preferida es del 25 % al 40 %. El número de pasos que son necesarios para lograr un tamaño de las gotitas de la emulsión de aproximadamente 70 a 120 nm, puede ajustarse en función de los parámetros.

15 Las diversas etapas del método anterior pueden realizarse mediante métodos ya conocidos usando reactivos y equipo convencionales. Una persona experta, dada la guía proporcionada en el presente documento será capaz de ajustar la emulsión, contenido de sólidos y lípidos (para la potencia), presión, temperatura y número de pasos, dentro de los límites de esta invención, para obtener fácilmente una composición en polvo de esta invención.

20 Con más detalle, el polvo se prepara emulsionando una emulsión en bruto de vitamina soluble en grasas y el componente de la matriz (por ejemplo, la emulsión de esta invención). Una vez la emulsión ha alcanzado el tamaño deseado de las gotitas de la emulsión, se seca por pulverización para formar un polvo. La potencia del polvo es el porcentaje en peso de vitamina que el polvo contiene.

25 La emulsión en bruto se prepara por homogeneización de la vitamina soluble en grasas con el componente acuoso de la matriz en cantidades adecuadas que proporcionarán un producto en polvo que tiene un tamaño de gotitas cuando se disuelve en el líquido, de 70 a 120 nm, más preferentemente de 80 a 120 nm y más preferentemente de aproximadamente 100 nm. Una emulsión que contenga el 5-15 % en peso de vitamina soluble en grasas, el 30-40 % en peso de componente de la matriz y el 50-55 % en peso de agua es un ejemplo. La emulsión puede prepararse en un recipiente estándar de una capacidad conveniente, en el que puede tener lugar el calentamiento y el enfriamiento. El agua y el componente de la matriz se añaden al recipiente. La mezcla puede calentarse a aproximadamente 80 °C pero no es necesario. La mezcla debe agitarse hasta que el componente de la matriz se ha disuelto.

35 Después, la solución se deja o se enfría a temperatura ambiente a aproximadamente 30 °C, y se añade lentamente la vitamina soluble en grasas. La mezcla se homogeneiza hasta una emulsión en bruto en el recipiente (por ejemplo, empleando un molino coloidal o cualquier otro medio de mezclado convencional) hasta que el tamaño de las gotitas es inferior a 1500 nm. El tamaño de las gotitas puede medirse por cualquier analizador del tamaño de partículas convencional. Un medio de medición preferido es la técnica de difusión de la luz láser. El Malvern ZetaSizer 3 o Autosizer lic (Malvern Instruments, Southborough, MA) es un ejemplo de un dispositivo de medición por difusión de luz láser.

45 Después, la emulsión en bruto se emulsiona además usando un equipo estándar y recipientes para este propósito. El dispositivo seleccionado debe proporcionar una presión suficientemente alta. Los dispositivos microfluidizadores son de utilidad, modelos tales como M-210C-E/H, M-110ET, M-610-C y M-140K, que pueden obtenerse de Microfluidics International Corporation [Newton, MA]. También es posible usar un chorro de agua (tales como los producidos por Jet Edge Inc., Minneapolis, MN). La emulsión en bruto puede transferirse desde el recipiente que la contiene hasta el dispositivo de emulsión a través de un tamiz adecuado con el fin de evitar el atascamiento del microfluidizador. La temperatura a la que tiene lugar la homogeneización (nombre que recibe la emulsificación posterior) se mantiene preferentemente entre la temperatura ambiente (aproximadamente 20-25 °C) o de aproximadamente 30 °C hasta aproximadamente 75 °C con un sistema refrigerante, tal como un baño de agua enfriada con hielo para controlar la temperatura de la emulsión. La bomba de presión del dispositivo de emulsión debe ajustarse a una presión adecuada. Debe notarse que la presión en el dispositivo puede fluctuar dentro de un amplio intervalo en función del número de pistones de la bomba de alta presión. Un microfluidizador de dos pistones puede variar p. ej., de 49,99 a 99,97 MPa (7250 a 14500 psi). Se prefiere una bomba de tres pistones.

La homogeneización continúa durante un número suficiente de pasos para obtener una emulsión del tamaño de gotitas deseado. En general, cuanto más estable es la presión del procedimiento, menos número de pasos se requieren para lograr el mismo tamaño de gotitas. Después, la emulsión se seca para obtener el polvo de esta invención. El secado puede efectuarse mediante un método estándar, por ejemplo, el secado por pulverización en un secador por pulverización adecuado, tal como un Yamato Mini-Spray Dryer.

Descripción de las figuras:

65 Figura 1: Diagrama de flujo del procedimiento típico para la preparación de una composición en polvo de esta invención. Unidad de proceso Fryma de 1-25 litros con disco de disolución integrado y molino coloidal;

2 – Bomba de engranaje, máx. 1000 litros/h máx. 10 MPa (100 bar). 3 - Microfluidizador M-210C-E/H, 100 litros/h máx., 200 MPa (2000 bar) 4 - Intercambiador de calor con agua fría (aprox. 10 °C) 5 - Bote de leche 6 - Bomba integrada al secador por pulverización Minor 7 - Secador por pulverización Minor modelo Hi-Tec. Figura 2: Gráfico del tamaño de las gotitas con respecto a la transparencia óptica (NTU) para 15,75 % de vitamina E (círculo) y 26,25 % de vitamina E (cuadrado) en dispersión en agua.

Los siguientes ejemplos sirven para demostrar la presente invención, pero de ninguna manera pretenden limitarla.

Ejemplo 1

Se disolvieron goma arábica (Ejemplo 1a) y gelatina (Ejemplo de Referencia 1b) en una cantidad de 10 kg, en 23,3 kg de agua destilada a una temperatura de hasta 80 °C. Después, la solución se enfrió a aproximadamente 30 °C. Se añadió gradualmente acetato de vitamina E (1,87 kg), y al mismo tiempo, se homogeneizó hasta que el tamaño de las gotitas de la emulsión fue inferior a 1500 nm. Después, la emulsión en bruto se homogeneizó con un homogeneizador a alta presión (Mictofluidics International Corporation [Newton, MA]). La emulsión se recicló a través del proceso de homogeneización hasta que las gotitas de la emulsión alcanzaron un tamaño medio por debajo de 140 nm. Durante la homogeneización, la temperatura de la emulsión se mantuvo aproximadamente a 35 °C con un sistema de refrigeración.

Después, la emulsión se secó por pulverización con un secador por pulverización para proporcionar un polvo que contenía aproximadamente el 15 % de acetato de vitamina E. Cuando el polvo se usó para el enriquecimiento de una bebida, la turbidez de las bebidas no aumentó significativamente ni tampoco se formó ninguna fase de separación, es decir, la fase lipídica del acetato de vitamina E no se separó de la fase acuosa ni formó una capa en la superficie.

La cantidad de polvo que hay que añadir a una bebida depende de la cantidad de enriquecimiento deseado. Es importante determinar el tamaño óptimo de las partículas para el deseado nivel de enriquecimiento.

La bebida o concentrados de bebida suplementados con las composiciones o comprimidos de vitaminas solubles en grasas de la presente invención pueden prepararse mediante medios convencionales bien conocidos por los expertos en la técnica. En general, la composición ópticamente transparente de vitaminas soluble en grasas puede añadirse simplemente y mezclarse suavemente en la bebida o concentrados de bebida o jarabes. El comprimido efervescente se añade generalmente a la bebida y se deja disolver (los comprimidos no proporcionan generalmente una bebida ópticamente transparente debido a los otros ingredientes añadidos para el prensado, pero dan una bebida sin anillado, con la condición de que los otros ingredientes no den ellos mismos un anillado). Los concentrados de bebidas y jarabes a los cuales se ha añadido la composición en polvo de vitaminas solubles en grasas, pueden emplearse para preparar una bebida final de baja concentración, mezclando el concentrado o jarabe con una cantidad apropiada de agua, habitualmente aproximadamente 1 parte de concentrado o jarabe a aproximadamente 3 o 4 partes de agua. El agua puede ser carbonatada o no carbonatada.

Ejemplos de otras bebidas a las que pueden añadirse las composiciones en polvo de vitaminas solubles en grasas obtenidas en los Ejemplos 1a) o Ejemplo de Referencia 1b), en cantidades nutricionalmente suplementarias incluyen:

- (a) jugo de naranja "espumoso" que comprende el 55 % de zumo de naranja y el 45 % de agua carbonatada;
- (b) néctar de pera-pomelo que comprende el 25 % de zumo de pera, el 20 % de zumo de pomelo y el resto es agua con un 10 % de sucrosa;
- (c) bebida de kiwi-pomelo, que comprende un 20 % de zumo de fruta de kiwi, el 15 % de zumo de pomelo, siendo el resto, agua;
- (d) "cóctel" de mezcla de frutas, que comprende un 10 % de cada uno de los zumos de granadilla, mango, guava, ananás, papaya, plátano, albaricoque, naranja mandarina, pera y lima;
- (e) bebida de yogur/frutas, que comprende el 20 % de productos lácteos, 1 % de pectina, 20 % de zumo de ananás, 10 % de pulpa desmenuzada de fruta de ananás, 16 % de jarabe de maíz, siendo el resto, agua.
- (f) bebida de cola que comprende el 0,35 % de emulsión con sabor de cola, el 11 % de azúcar, 0,1 % de ácido fosfórico, 0,1 % de ácido cítrico y ácidos málicos, colorante de caramelo, siendo el resto, agua carbónica;
- (g) zumo de naranja sin mezcla alguna (de alta concentración);
- (h) zumo de manzana sin mezcla alguna (de alta concentración);
- (i) leche de vaca saborizada sin mezcla alguna (de alta concentración);

Ejemplo 2 (comprimidos efervescentes)

Los comprimidos se obtuvieron a partir del polvo de los Ejemplos 1a) con el 26,24 % y el Ejemplo de Referencia 1b) con el 42,5 %, y se compararon con comprimidos producidos a partir del producto en polvo corriente con el 50 % de vitamina E (véase Tabla 1). El polvo con el 50 % de vitamina E usado para la comparación se obtuvo de Roche Vitamins and Fine Chemicals, Nutley, N.J.

Para la prueba se escogió la formulación mostrada en la Tabla 1. En esta fórmula, después de la disolución de los comprimidos (a partir de la vitamina E anhidra en polvo 50 %, tipo CWS/F), pudieron detectarse muy pequeñas gotitas aceitosas de vitamina E, sobre la superficie del agua observando dicha superficie con luz reflejada.

Comprimido efervescente				E al 26,25 %	E al 42,1 %	E al 50,0 %
	Composición	Reivindicación nominal	Exceso	Cantidades	Cantidades	Cantidades
		Mg	%	mg/compr	mg/compr	mg/compr
1	Beta-caroteno	6,00	20			
	como Beta Tab 10 % E			72,00	72,00	72,00
2	Vitamina C	200,0	10			
	como ácido ascórbico, granulado fino		220,00	220,00	220,00	220,00
3	Vitamina E	50,0	10			
	como vitamina E seca al 25,65 % SD lote 16/96-8			209,52		
	como vitamina E seca al 42,1 % SD lote 27903-076				130,64	<110
4	Acido cítrico anhidro, medio granular			1300,00	1300,00	1300,00
5	Bicarbonato de sodio			800,00	800,00	800,00
6	Carbonato de sodio			80,00	80,00	80,00
7	Manitol MG ¹			1138,48	1217,36	1238,00
8	Aspartamo			20,00	20,00	20,00
9	Ciclamato de sodio			30,00	30,00	30,00
10	Polietilenglicol 6000 polvo fino ²			100,00	100,00	100,00
11	Permaseal sabor de naranja 74016-71 ³			20,00	20,00	20,00
12	Permaseal sabor de mandarina 74740-31 ³			10,00	10,00	10,00
	Peso total del comprimido			4000,00	4000,00	4000,00
Proveedores 1 Manitol granulado medio, Roquette Freres, 4 rue Patou, F-59022 Lille Cedex, Francia 2 Hoechst AG, Postfach 800320 Frankfurt/Main 80, R.F. de Alemania 3 Givaudan Dübendorf AG, CH-8600 Dübendorf, Suiza Procedimiento I Pasar 3-12 a través de un tamiz de 1,00 mm, y mezclar con 1 y 2 durante 15 minutos II Comprimir en comprimidos efervescentes						

5

Resultados

10 Tanto las muestras ensayadas a partir de polvos de vitamina E al 26,25 % y del 42,5 % de esta invención presentaron características de dureza y desintegración aceptables. Sus perfiles de compresión están muy próximos a los de E 50 % CWS/F. La muestra 27903-076 que contenía el 42,5 % de vitamina E mostró una mayor dureza y un tiempo de desintegración ligeramente más corto que el otro.

15 Mediante la inspección visual de la superficie del agua después de la desintegración de los comprimidos elaborados con polvos de vitamina E al polvo 26,25 % y al 42,5 % de esta invención, no se apreció en la misma ninguna gotita de aceite. En cambio, fueron visibles gotitas de aceite sobre la superficie del agua con el producto con vitamina E 50 % CWS/F, no elaborado a partir de una composición de esta invención.

Ejemplo 3

20 Se prepara un champú acondicionado con vitaminas empleando ingredientes estándar y métodos como se describen a continuación empleando una composición en polvo de esta invención. El acetato de vitamina E en polvo producido en el Ejemplo 1a) y en el Ejemplo de Referencia 1b) se usa como sigue a continuación: Se dispersa el acetato de vitamina E en polvo producido en el Ejemplo 1a) o en el Ejemplo de Referencia 1b) en agua. Se añade el acetato de vitamina E en polvo del Ejemplo 1a) o del Ejemplo de Referencia 1b) a una mezcla de Monamid y phytantriol. Se añade el panthenol y el etil panthenol. Se añade la parte 2 a la parte 1 y se mezcla hasta la
 25 transparencia. Se añade el Kathon CG y el perfume. Se ajusta el pH con solución de ácido cítrico al 50 % a pH 6,0 a 6,8. Se ajusta la viscosidad con cloruro de sodio.

ES 2 238 963 T5

	Ingredientes	Designación CTFA	% en peso
Parte 1			
	Agua desionizada	Agua	57,05
	Monamid 716	Lauramida DEA	5,00
	DL Líquido-panthenol al 50 %	Panthenol y agua	2,00
	Polvo de acetato de vitamina E al 25 %	Acetato de tocoferilo	0,80
	Phytantriol	Phytantriol	0,10 %
Parte 2			
	Standapol ES-2	Laurilsulfato de sodio	30,00
	Mirataine CBS	Hidroxisultaina de cocamidopropilo	3,00
Parte 3			
	Cloruro de sodio	Cloruro de sodio	1,00
	Solución al 50 % de ácido cítrico	Ácido cítrico	0,30
	Perfume	Fragancia	0,20
	KathonCG	Meicloroisotiazolinona (y) metilisotiazolinona	0,05
		Total:	100

REIVINDICACIONES

- 5 1. Composición en polvo que comprende por lo menos una vitamina soluble en grasas caracterizada por que dicha vitamina se dispersa en una matriz de una goma de polisacárido natural o una mezcla de dichas gomas que tienen una capacidad emulsionante y en la que dicha vitamina soluble en grasas está presente en dicha composición en polvo en forma de pequeñas gotitas que tienen un diámetro medio dentro del intervalo de 70 a 120 nanómetros (nm), en la que la proporción de vitamina soluble en grasas con respecto componente de la matriz es de 1:8 a 1:1.
- 10 2. Composición en polvo de acuerdo con la reivindicación 1, en la que la goma de polisacárido procede de fuentes vegetales, animales o microbianas y se selecciona entre gomas de exudados, gomas de algas, gomas de semillas o gomas microbianas.
- 15 3. Composición en polvo de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en la que la goma de polisacárido se selecciona entre goma arábica, goma de lino, goma ghatti, goma de tamarindo y arabinogalactano.
- 20 4. Composición en polvo de acuerdo con la reivindicación 3, en la que la goma de polisacárido es goma arábica.
5. Composición en polvo de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en la que la vitamina soluble en grasas se selecciona entre la vitamina E o sus ésteres, vitamina A o sus ésteres, la vitamina K (fitomenadiona) y la vitamina D3 (colecalciferol).
- 25 6. Composición en polvo de acuerdo con la reivindicación 5, en la que la vitamina soluble en grasas se selecciona entre acetato de vitamina E, acetato de vitamina A y palmitato de vitamina A.
- 30 7. Composición en polvo de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en la que la composición comprende del 15 al 40 % en peso de vitamina soluble en grasas y del 60 a 85 % en peso de componente de la matriz, en base al peso total de todos los componentes presentes en la composición, y conforme a la cual dicha composición como producto final en polvo tiene preferentemente un contenido en humedad del 1 al 4 % en peso.
- 35 8. Composición en forma de emulsión de utilidad para preparar la composición en polvo de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizada por que dicha composición en forma de emulsión comprende una vitamina soluble en grasas y un componente de la matriz y en la que el tamaño de las gotitas de la emulsión está dentro del intervalo de 70 a 120 nm en diámetro.
- 40 9. Comprimidos que comprenden una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.
10. Bebida y concentrados de bebida que comprenden una composición de acuerdo con la reivindicación 1 a 8.
- 45 11. Bebidas de acuerdo con la reivindicación 10, en la que dicha bebida tiene una transparencia óptica no mayor de 20 NTU, cuando comprenden hasta 6 mg de vitamina en 100 g de líquido.
- 50 12. Productos para el cuidado de la piel en forma de bálsamos, lociones, lápices, ungüentos, composiciones para maquillaje, champús, acondicionadores, esmaltes para uñas y similares, opcionalmente conteniendo además ingredientes activos convencionalmente empleados en dichos productos; composiciones alimenticias o composiciones farmacéuticas que comprenden una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8.
- 55 13. Método para producir de una composición en polvo como se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, que comprende:
- (a) combinación del agua con el componente de la matriz, durante un período de tiempo suficiente para que el componente de la matriz se disuelva en agua;
- (b) adición de la vitamina soluble en grasas a la solución de la etapa (a) para formar una emulsión en bruto, preferentemente una emulsión en bruto que tiene un contenido en sólidos de acuerdo con una cualquiera de las
- 60 (c) opcionalmente, mezclado de la emulsión en bruto de la etapa (b) hasta que el tamaño de las gotitas dentro de la emulsión se comprueba que es de 1500 nm o menos;
- (d) emulsión de la emulsión en bruto de la etapa (b) o (c) a una temperatura de aproximadamente 5 °C a aproximadamente 75 °C a una presión de aproximadamente 68,95 MPa (aproximadamente 10000 psi) a aproximadamente 413,69 MPa (aproximadamente 60000 psi), preferentemente de aproximadamente 172,37 MPa (aproximadamente 25000 psi) para obtener una emulsión de suplemento de vitaminas que contiene gotitas con un tamaño medio de diámetro de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7; y secado de la emulsión del paso (d) para obtener la composición en polvo como se ha definido en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.