

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 377 315**

51 Int. Cl.:  
**A23L 1/275** (2006.01)  
**C08K 7/00** (2006.01)  
**C09B 67/00** (2006.01)  
**A61K 47/48** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **03702387 .6**  
96 Fecha de presentación: **07.01.2003**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1469745**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **27.10.2004**

54 Título: **Uso de pigmentos multicapa en el sector alimentario y farmacéutico**

30 Prioridad:  
**01.02.2002 DE 10204336**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**26.03.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**26.03.2012**

73 Titular/es:  
**MERCK PATENT GMBH  
FRANKFURTER STRASSE 250  
64293 DARMSTADT, DE**

72 Inventor/es:  
**SCHWEINFURTH, Ralf**

74 Agente/Representante:  
**Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 377 315 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Uso de pigmentos multicapa en el sector alimentario y farmacéutico

La presente invención se refiere al uso de pigmentos multicapa basados en sustratos en forma de escama para la coloración de productos alimentarios y farmacéuticos.

5 Además de las aplicaciones funcionales, los pigmentos multicapa y las mezclas de pigmentos, como por ejemplo los conocidos a partir de los documentos EP-A-1 045 014, US-B1-6 334 893 y WO 99/061529, se emplean cada vez más para la mejora óptica de productos, por ejemplo en cosmética, ya que los colores y efectos bonitos evocan sensaciones subjetivas agradables al observador y los consumidores. Los pigmentos multicapa, siempre que se  
10 hayan fabricado bajo las correspondientes disposiciones estrictas de calidad y pureza, se deberían poder emplear también en el sector alimentario y farmacéutico para la mejora de los efectos cromáticos o para la coloración.

El uso de pigmentos de interferencia o nacarados para la coloración de productos del sector alimentario y farmacéutico se conoce a partir de los documentos DE 198 31 869 y WO 03/002149 A. Sin embargo, estos productos tienen la desventaja de cubrir con mayor o menor intensidad los colores originales de los productos a colorear. Sin embargo, a menudo es deseable mantener el color original del producto y sólo perfeccionarlo  
15 mediante un efecto de brillo de color adicional. De este modo, antes de la coloración con los pigmentos multicapa también se puede reducir hasta cierto punto la proporción de colorante en el producto a colorear.

Por eso, el objetivo de la presente invención es ampliar la gama de tonos de color ya conocidos para la coloración de productos alimentarios y farmacéuticos, por lo cual los productos experimentan una mejora adicional sensorialmente perceptible. La mejora óptica es particularmente valiosa para productos farmacéuticos, ya que  
20 permite una diferenciación más clara de comprimidos, grageas, etc. de diferentes colores.

Sorprendentemente, ahora se ha descubierto que para la mejora óptica de productos alimentarios y farmacéuticos son extraordinariamente adecuados los pigmentos multicapa basados en sustratos en forma de escama recubiertos con capas alternadas de óxidos metálicos. Los óxidos metálicos particularmente preferibles son  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . En particular, la combinación de pigmentos multicapa con capas de  $\text{TiO}_2$  y/o  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  con agentes colorantes naturales o idénticos a los naturales, pigmentos colorantes o extractos frutales y vegetales colorantes confieren al  
25 producto alimentario un nuevo tono cromático interesante. Por tanto, es objeto de la invención el uso de pigmentos multicapa basados en sustratos en forma de escama para la coloración de productos alimentarios y farmacéuticos.

En comparación con los productos del documento DE 198 31 869, los productos que se colorearon con un pigmento multicapa poseían un poder colorante y una transparencia claramente mayores, un brillo superior y mostraron un color de interferencia entre dos o más colores.  
30

Los productos alimentarios y farmacéuticos coloreados se caracterizan por un efecto multicolor, que evoca sensaciones subjetivas agradables en el observador y los consumidores. Este efecto óptico no es posible con los agentes colorantes autorizados hasta el momento en el sector alimentario. Al contrario que los pigmentos colorantes, que están autorizados en el sector alimentario, por ejemplo los carbonos vegetales E153, los pigmentos multicapa basados en sustratos en forma de escama pueden dispersarse muy fácilmente en el medio a pigmentar.  
35 Además, los productos así coloreados se caracterizan por una elevada protección frente a la luz y la humedad. En particular, los preparados de vitaminas son más duraderos. En la coloración de comprimidos se ha observado en muchos casos un retraso en la liberación de los principios activos.

Se muestra que incluso con muy pequeñas cantidades de pigmentos multicapa se pueden conferir a los productos alimentarios o farmacéuticos nuevos tonos cromáticos interesantes y al mismo tiempo nuevas propiedades. Ya se obtienen resultados excelentes coloreando el producto con 0,0025 a 75,0 % en peso, preferiblemente 0,0025 a 50 % en peso, en particular 0,05 a 25 % en peso de pigmentos multicapa respecto al producto.  
40

En el caso que el pigmento se mezcle directamente con el producto alimentario o farmacéutico en la fabricación, la cantidad usada de pigmentos multicapa asciende preferiblemente a 0,005 hasta 4 % en peso. En el tratamiento de superficies de alimentos o comprimidos, el intervalo de uso se encuentra en 0,02 a 15,0 % en peso, preferiblemente 0,5 a 6,0 % en peso, respecto a la solución de colorante o recubrimiento.  
45

Los pigmentos multicapa apropiados son pigmentos basados en sustratos con recubrimiento múltiple que se caracterizan por presentar de forma alternada una capa de óxido metálico de alta refracción y una de baja refracción.

50 En particular son apropiados los pigmentos multicapa basados en sustratos en forma de escama con recubrimiento múltiple que contienen al menos una secuencia de capas (A) (B) (A), siendo

## ES 2 377 315 T3

(A) un recubrimiento de alta refracción compuesto de dióxido de titanio y/u óxido de hierro, y

(B) un recubrimiento incoloro de baja refracción con un índice de refracción  $n \leq 1,8$

siendo el grosor de todas las capas sobre el sustrato  $\leq 3 \mu\text{m}$ .

5 Los sustratos base adecuados para los pigmentos multicapa según la invención son sustratos en forma de escama transparentes o semitransparentes. Los sustratos preferidos son silicatos laminados. En particular son adecuados las micas naturales y/o sintéticas, talco, caolín, óxidos de aluminio o hierro en forma de escama, óxidos mezclados en forma de escama de vidrio,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ , como por ejemplo  $\text{FeTiO}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  u otros materiales similares, dependiendo de la correspondiente admisibilidad legal para el uso en productos alimentarios o farmacéuticos.

10 El tamaño del sustrato base no es en sí mismo crítico y puede ajustarse a la correspondiente finalidad de aplicación. Normalmente los sustratos en forma de escama presentan un grosor entre 0,005 y 10  $\mu\text{m}$ , en particular entre 0,05 y 5  $\mu\text{m}$ . La extensión en las otras dos áreas se encuentra generalmente entre 1 y 500  $\mu\text{m}$ , preferentemente entre 2 y 200  $\mu\text{m}$ , y en particular entre 5 y 60  $\mu\text{m}$ .

15 El grosor de las capas individuales (A) y (B) con alto o bajo índice de refracción sobre el sustrato base es esencial para las propiedades ópticas del pigmento. Para el pigmento multicapa con efecto de brillo intenso el grosor de las capas individuales se debe ajustar una sobre otra de forma precisa.

El grosor de la capa (A) asciende a 10 - 500 nm, preferiblemente 20 - 400 nm, en particular 30 - 350 nm. El grosor de la capa (B) asciende a 10 - 500 nm, preferiblemente 20 - 400 nm, en particular 30 - 350 nm.

20 Los pigmentos pueden contener múltiples combinaciones, iguales o diferentes de paquetes de capas, aunque es preferible cubrir el sustrato sólo con un paquete de capas (A) (B) (A). Para la intensificación de la fuerza cromática, el pigmento según la invención puede contener hasta 4 paquetes de capas, aunque el grosor de todas las capas sobre el sustrato no debería superar los 3  $\mu\text{m}$ . Preferiblemente se aplica una cantidad impar de capas sobre el sustrato en forma de escama con una capa de alta refracción en la posición más interna y en la más externa. Es preferible en particular una estructura de tres capas de interferencia ópticas en el orden (A) (B) (A). Se tienen en consideración como capas de alta refracción preferiblemente  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y/o  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . El  $\text{TiO}_2$  puede presentarse en forma de variedad alotrópica rutilo o anatasa.

25 Los materiales incoloros de baja refracción apropiados para el recubrimiento (B) son preferiblemente óxidos metálicos o los correspondientes oxihidratos, como por ejemplo  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{AlO}(\text{OH})$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgF}_2$ ,  $\text{MgSiO}_3$  o una mezcla de los óxidos metálicos mencionados, adecuados según las disposiciones legales para el uso en productos alimentarios o farmacéuticos. La capa (B) es en particular una capa de  $\text{SiO}_2$ .

30 Los pigmentos multicapa conocidos se pueden preparar fácilmente mediante la producción de capas de interferencia de alta y baja refracción con grosor definido de forma precisa y superficie lisa sobre los sustratos en forma de escama finamente divididos.

35 Las capas de óxidos metálicos se aplican preferiblemente mediante química húmeda, pudiéndose emplear procedimientos de recubrimiento de química húmeda desarrollados para la fabricación de pigmentos nacarados. Este tipo de procedimientos se describen p. ej. en los documentos DE 14 67 468, DE 19 59 988, DE 20 09 566, DE 22 14 545, DE 22 15 191, DE 22 44 298, DE 23 13 331, DE 25 22 572, DE 31 37 808, DE 31 37 809, DE 31 51 343, DE 31 51 354, DE 31 51 355, DE 32 11 602, DE 32 35 017 o también en otras patentes conocidas por los especialistas y otras publicaciones.

40 Además, el recubrimiento también puede llevarse a cabo en un reactor de lecho fluidizado mediante recubrimiento en fase gas, en el que pueden emplearse los procedimientos análogos propuestos p. ej. en los documentos EP 0 045 851 y EP 0 106 235 para la fabricación de pigmentos nacarados.

45 El tono cromático de los pigmentos multicapa se puede variar en márgenes muy amplios mediante la diferente elección de cantidades de cobertura o del grosor de las capas resultantes de ello. El ajuste fino para un tono cromático determinado puede conseguirse, a parte de la pura elección de las cantidades, mediante la aproximación al color deseado controlada metrológica o visualmente.

Los pigmentos multicapa especialmente preferidos poseen las siguientes estructuras de capas:

sustrato +  $\text{TiO}_2$  +  $\text{SiO}_2$  +  $\text{TiO}_2$

sustrato +  $\text{TiO}_2$  +  $\text{SiO}_2$  +  $\text{Fe}_2\text{O}_3$

## ES 2 377 315 T3

sustrato + TiO<sub>2</sub> + SiO<sub>2</sub> + Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

sustrato + TiO<sub>2</sub> + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + TiO<sub>2</sub>

sustrato + TiO<sub>2</sub> + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

sustrato + TiO<sub>2</sub> + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

5 sustrato + Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + SiO<sub>2</sub> + TiO<sub>2</sub>

sustrato + Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> + SiO<sub>2</sub> + TiO<sub>2</sub>

sustrato + Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + TiO<sub>2</sub>

sustrato + Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + TiO<sub>2</sub>

10 En particular, los pigmentos multicapa mencionados anteriormente se basan en escamas de mica y también escamas de vidrio, SiO<sub>2</sub> o Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Los pigmentos multicapa usados son preferiblemente escamas de mica natural o sintética recubiertas de magnetita y TiO<sub>2</sub>.

15 Mediante la mezcla de pigmentos nacarados autorizados en el sector alimentario, TiO<sub>2</sub> recubierto o no recubierto, y/o escamas de SiO<sub>2</sub>, agentes colorantes naturales o idénticos a los naturales, pigmentos colorantes orgánicos o inorgánicos o extractos colorantes naturales frutales y vegetales se puede influir en el efecto cromático de los pigmentos multicapa en el producto y al mismo tiempo se pueden conseguir efectos cromáticos irisados novedosos.

20 Además de los pigmentos multicapa se pueden mezclar como otros componentes colorantes todos los agentes colorantes naturales o idénticos a los naturales conocidos por el especialista. Aquí se mencionan en particular E 101, E 104, E 110, E 124, E 131, E 132, E 140, E 141, E 151, E 160a. Además, se pueden mezclar también otros pigmentos colorantes con los pigmentos nacarados en forma de escama, como por ejemplo E 171, E 172, E 153.

La proporción de agentes colorantes respecto al producto se encuentra en el intervalo de 0,5 a 25 % en peso. Como agente colorante se pueden emplear también extractos frutales y vegetales, como por ejemplo zumo de zanahoria, zumo de remolacha, zumo de saúco, zumo de hibisco, extracto de pimienta, extracto de aronia.

25 Mediante la combinación de los pigmentos multicapa con otros pigmentos nacarados como pigmentos de oro, plata o de interferencia, se refuerza el correspondiente efecto cromático de los pigmentos. Este sinergismo amplía considerablemente las posibilidades cromáticas de los productos a pigmentar sin que se tengan que emplear adicionalmente otros agentes colorantes naturales o idénticos a los naturales.

Los pigmentos multicapa autorizados en el sector alimentario se pueden encontrar en el mercado, por ejemplo bajo la marca Candurin<sup>®</sup> ML de la empresa Merck KGaA.

30 La concentración total de todos los pigmentos en el producto a pigmentar no debería superar el 12% en peso respecto al producto. Normalmente depende del caso concreto de aplicación.

35 La coloración de los productos farmacéuticos y alimentarios se realiza de modo que los pigmentos multicapa solos o en combinación con otros pigmentos o agentes colorantes se añaden al producto a colorear directamente o en presencia de agua y/o un disolvente orgánico en la proporción de cantidades deseada, simultánea o de forma secuencial, durante o tras su fabricación. No es necesario un costoso pintado y dispersión de los pigmentos.

40 En la introducción en la matriz del producto, por ejemplo gominolas con sabor a frutas, bebidas, etc., la cantidad empleada de pigmentos multicapa se encuentra preferiblemente entre 0,0025 - 10 % en peso, en particular entre 0,05 - 3 % en peso. Para la coloración de superficies de productos alimentarios y farmacéuticos, por ejemplo comprimidos, dulces, etc. el intervalo de uso en la solución colorante o de recubrimiento empleada se encuentra entre 0,01 - 30 % en peso, en particular entre 0,1 - 15 % en peso. En el uso de pigmentos multicapa en productos en polvo el intervalo de uso se encuentra entre 0,05 - 50 % en peso, en particular entre 2 - 10 % en peso.

Las soluciones de recubrimiento contienen preferiblemente agua o disolventes orgánicos, preferiblemente etanol o isopropanol. Como formador de películas se emplea en las soluciones de recubrimiento preferiblemente un derivado de celulosa, como por ejemplo hidroxipropilmetilcelulosa. Son preferibles en particular las soluciones de

aplicación con derivados de celulosa que en lugar de agua contienen un 5 – 80 % en peso de un disolvente orgánico apropiado.

Al contrario de las disoluciones acuosas de recubrimiento, las disoluciones de aplicación alcohólicas o alcohólicas-acuosas que contienen celulosa poseen claras ventajas en la técnica de aplicación:

- 5 - uso de aire de secado más frío durante el proceso de pulverización
- permite hacer muy bien el coloreado de productos sensibles a la temperatura, como por ejemplo figuras de chocolate, regaliz, grageas de chocolate, etc. con pigmentos multicapa.

10 Como productos apropiados para la coloración se tienen que mencionar también en particular recubrimientos de todo tipo de productos alimentarios, en particular recubrimientos de azúcar y goma laca (alcohólicos y acuosos), recubrimientos con aceites, grasas, almidones y ceras, con goma arábiga, con derivados de celulosa (p. ej. HPMC = hidroxipropilmetilcelulosa), con derivados de almidón y albúmina, carragenanos y otras sustancias apropiadas para recubrir conocidas por el especialista, la incorporación o la aplicación a golosinas, decoraciones de pasteles, comprimidos, grageas, gomas de mascar, gominolas, productos fundidos, productos de mazapán, masas de relleno, coberturas de cacao y grasa, chocolate y productos que contienen chocolate, helados, cereales, aperitivos, 15 masas de recubrimiento, cubiertas de tartas, bolitas de azúcar para cubrir pasteles, nonpareils, productos de jalea y gelatina, caramelos, regaliz, glaseados, algodón de azúcar, masas de grasa, azúcar y crema, pudins, postres, gelatina para tartas, sopas frías dulces, alimentos en polvo, bebidas, con y sin aditivos estabilizantes, como por ejemplo carboximetilcelulosa, productos lácteos fermentados y sin fermentar, como por ejemplo requesón, yogur, queso, cortezas de queso, envolturas de salchicha, etc.

20 Otro gran ámbito de aplicación se encuentra en el sector farmacéutico y EFP para la coloración de comprimidos, cápsulas de gelatina dura y blanda, pastillas de goma, grageas, pomadas, jarabes contra la tos, productos en forma líquida y en polvo, etc. En combinación con recubrimientos habituales como polimetacrilatos y tipos de celulosas, por ejemplo HPMC, los pigmentos multicapa se pueden emplear de formas diversas para la coloración.

25 En productos alimentarios y farmacéuticos grageados o recubiertos, es posible la combinación de pigmentos multicapa con sustancias aromáticas (aromas en polvo o líquidos), ácidos y/o con edulcorantes, como p. ej. aspartamo, para realzar el efecto óptico también mediante el sabor.

Por tanto, también son objeto de la invención todas las formulaciones del sector alimentario y farmacéutico que contienen uno o varios pigmentos multicapa, solos o en combinación con otros pigmentos/mezclas de pigmentos o agentes colorantes (naturales o idénticos a los naturales) como colorantes.

30 Los siguientes ejemplos ilustran la invención sin limitarla.

**Ejemplos**

**Ejemplo 1: Gominolas con sabor a frutas**

Las gominolas con sabor a frutas se fabrican de la forma habitual. El uso de gelificantes lo más transparentes posible mejora el efecto cromático deseado.

35 Los pigmentos multicapa se suspenden previamente en agua, aromas y/o azúcar. Esto impide la formación de aglomerados de pigmentos indeseables e irreversibles.

**1. Ejemplo de preparación**

Componentes	Parte porcentual	Proveedor
Agua	10,6945 %	
Azúcar (sacarosa)	31,45 %	Südzucker
Jarabe de glucosa	31,45 %	Cerestar, Krefeld

## ES 2 377 315 T3

Candurin® Blue ML**	0,285 % (0,3 % respecto a la masa fundida)	Merck KGaA
Ácido cítrico dil. 1:1	2,51 %	Merck KGaA
Gelatina (260 Bloom)	7,86 %	DGF, Eberbach
Agua	15,748 % (para disolver la gelatina)	
Colorante E129	0,0025 %	BASF
Aroma	Según el sabor deseado	
** Pigmento multicapa basado en mica recubierta con TiO <sub>2</sub> y SiO <sub>2</sub>		

### 2. Ejemplo de preparación

Componentes	Parte porcentual	Proveedor
Agua	10,598 %	
Azúcar (sacarosa)	31,45 %	Südzucker
Jarabe de glucosa	31,45 %	Cerestar, Krefeld
Candurin® Yellow ML**	0,38 % (0,4 % respecto a la masa fundida)	Merck KGaA
Ácido cítrico dil. 1:1	2,51 %	Merck KGaA
Gelatina (260 Bloom)	7,86 %	DGF, Eberbach
Agua	15,748 % (para disolver la gelatina)	
Colorante E133	0,0022 %	BASF
Colorante E102	0,0018 %	BASF
Aroma	Según el sabor deseado	
** Pigmento multicapa basado en mica recubierta con TiO <sub>2</sub> y SiO <sub>2</sub>		

### 5 Fabricación:

En primer lugar se remoja o hincha la gelatina con el doble de cantidad de agua a 60 °C. El azúcar y el agua se calientan a 100 °C. Después se añade el jarabe de glucosa. Se sigue calentando a 120 °C y después se deja enfriar todo a 85 °C. Se mezclan el pigmento multicapa, ácido cítrico, aroma y la disolución de gelatina. Mediante el embudo de colada los moldes engrasados o los moldes negativos sellados con polvo de almidón se rellenan con la masa de moldeo desaireada. El producto se deja enfriar unas 10-16 horas. A continuación, las gominolas con sabor a frutas se sacan de los moldes (desempolvados del polvo de almidón) y se tratan con un desmoldeador adecuado.

Los pigmentos multicapa, debido a su buena estabilidad frente a la temperatura y el pH, se pueden añadir en cualquier momento a la mezcla de producción.

### Ejemplo 2: Productos recubiertos

**1. Ejemplo**

Producto a colorear: Almendras verdes recubiertas con azúcar

Composición de la suspensión de aplicación por pulverización:

Componentes	Parte porcentual	Proveedor
Candurin <sup>®</sup> Blue ML	3 %	Merck KGaA
Sepifilm 050	5 %	Seppic
Agua	92 %	

5

Cantidad aplicada: Según la intensidad cromática deseada, aprox. 1-4% de suspensión de pulverización/kg de producto. Temperatura del aire de secado: 35-45 °C

**2. Ejemplo**

Producto a colorear: Avellanas marrones con chocolate, recubiertas con azúcar

10 Composición de la suspensión de aplicación por pulverización:

Componentes	Parte porcentual	Proveedor
Candurin <sup>®</sup> Gold ML**	5 %	Merck KGaA
Sepifilm 050	5 %	Seppic
Agua	50 %	
Etanol	40 %	Merck KGaA
** Pigmento multicapa basado en mica recubierta con Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , SiO <sub>2</sub> y TiO <sub>2</sub>		

Cantidad aplicada: Según la intensidad cromática deseada, aprox. 2-6 % de suspensión de pulverización/kg de producto. Temperatura del aire de secado: 28-35 °C

15 **3. Ejemplo**

Producto a colorear: Cacahuets recubiertos con chocolate negro

Composición de la suspensión de aplicación por pulverización:

Componentes	Parte porcentual	Proveedor
Candurin <sup>®</sup> Red ML**	2 %	Merck KGaA

## ES 2 377 315 T3

Sepifilm 050	5 %	Seppic
Agua	33 %	
Etanol	60 %	Merck KGaA
** Pigmento multicapa basado en mica recubierta con TiO <sub>2</sub> y SiO <sub>2</sub>		

Cantidad aplicada: Según la intensidad cromática deseada, aprox. 1-4% de suspensión de pulverización/kg de producto. Temperatura del aire de secado: 26-28 °C

#### 4. Ejemplo

- 5 Producto a colorear: Bolas de chicle rojas recubiertas

Composición de la suspensión de aplicación por pulverización:

Componentes	Parte porcentual	Proveedor
Candurin <sup>®</sup> Yellow ML	3 %	Merck KGaA
Sepifilm 050	5 %	Seppic
Agua	92 %	

Cantidad aplicada: Según la intensidad cromática deseada, 1-4% de suspensión de pulverización/kg de producto.

- 10 Temperatura del aire de secado: 35-45 °C

Fabricación de la suspensión de pulverización:

Los pigmentos multicapa se agitan o suspenden en agua. Después se esparce lentamente el formador de película elegido bajo agitación continua. Según la resistencia a la temperatura del producto a colorear, se puede añadir también etanol.

- 15 La velocidad de agitación se debe ajustar correspondientemente a la viscosidad creciente de la suspensión. Según la composición del formador de película éste se disuelve completamente de inmediato en 20-60 minutos. Entonces la suspensión se pulveriza sobre el producto. Se introduce continuamente el aire de secado correspondiente. Según se desee se pueden añadir también agentes edulcorantes o aromas a la suspensión de pulverización.

- 20 La aplicación se puede llevar a cabo en calderas de recubrimiento tradicionales convencionales, aparatos de recubrimiento o en recubridores de película cerrados. Son apropiados como formadores de películas todos los materiales que fijan los pigmentos en una película lo más transparente posible sobre la superficie del producto (tipos de celulosas, carragenanos, goma laca, etc.).

La aplicación de la pulverización se realiza por regla general con un procedimiento de pulverización de 2 etapas (airborne).

- 25 **Ejemplo 3: Artículo de chocolate**

#### 1. Ejemplo

Coloración de figuras huecas de chocolate (fabricadas a partir de chocolate negro, blanco y/o chocolate con leche)

Composición de la suspensión de aplicación por pulverización:

Componentes	Parte porcentual	Proveedor
Candurin® Blue ML	3 %	Merck KGaA
Capol 425	19,4 %	Kaul GmbH
Etanol	77,6 %	Merck KGaA

## 2. Ejemplo

- 5 Coloración de artículos esponjosos recubiertos con chocolate

Composición de la suspensión de aplicación por pulverización:

Componentes	Parte porcentual	Proveedor
Candurin® Gold	5 %	Merck KGaA
Capol 425	19 %	Kaul GmbH
Etanol	76 %	Merck KGaA

## 3. Ejemplo

Componentes	Parte porcentual	Proveedor
Candurin® Green ML**	3 %	Merck KGaA
Sepifilm 050	5 %	Seppic
Etanol	50 %	Merck KGaA
Agua	42 %	
** Pigmento multicapa basado en mica recubierta con TiO <sub>2</sub> y SiO <sub>2</sub>		

- 10 La aplicación de la pulverización se puede llevar a cabo mediante una pistola de pulverización (airborne) o un aerógrafo tradicional. La cantidad de colorante aplicada depende del efecto cromático deseado.

Precisamente el uso de una elevada proporción de etanol permite la coloración de aquellos alimentos sensibles al calor, como por ejemplo productos de chocolate. De este modo la temperatura de procesado durante el proceso de coloración se puede mantener baja hasta cierto punto. Con ello no se perjudica la calidad del producto.

**Ejemplo 4: Bebidas**

<b>Ingredientes</b>	<b>Bebida azul con efecto de brillo rojo</b>	<b>Bebida roja oscura con efecto de brillo dorado</b>	<b>Proveedor</b>
Candurin <sup>®</sup> Red ML	0,04 %	Dorado 0,05%	Merck KGaA
Sacarosa	5 %	5 %	-
Jarabe de glucosa	7 %	7 %	-
Ácido cítrico	0,15 %	0,15 %	Merck KGaA
Gelcarin (E407) Tipo GP-379NF	0,2 %	0,2 %	FMC
Kelcogel <sup>®</sup> (E418)	0,0075 %	0,0075 %	Kelco
Aroma	Según las necesidades	Según las necesidades	-
Colorante adicional	E131* 0,0015 %	Extracto de vino tinto-Provinol** 0,04 %	*BASF ** Seppic Co.
Agua	87,601 %	87,6025 %	-
Valor de pH > 3,5			

Fabricación:

- 5 (1) Poner agua
- (2) Añadir Candurin<sup>®</sup> (pre-suspendido en agua)
- (3) Añadir sacarosa y jarabe de glucosa
- (4) Añadir espesante (Gelcarin y Kelcarin<sup>®</sup>)
- (5) Mezclar enérgicamente
- 10 (6) Calentar a 95-100 °C (1-2 minutos), agitando continuamente
- (7) Enfriar a aprox. 40°C bajo agitación continua
- (8) Durante la fase de enfriado, adición del ácido cítrico, agentes colorantes adicionales y aromas
- (9) Para evitar la formación de gel se debería agitar la mezcla enfriada 30-45 minutos más.

15 Si se desea, también se pueden obtener los mismos resultados sin la adición del correspondiente agente espesante. Dependiendo de la alta densidad de los pigmentos éstos se depositan relativamente rápido. Entonces el efecto se puede volver a producir tras una corta agitación.

**Ejemplo 5: Postres transparentes (p. ej. gelatina)**

## ES 2 377 315 T3

Componentes	(%)	Número(s) E	Proveedor	
Sacarosa	15 %	-	-	A
Ácido cítrico	0,38 %	E330	Merck KGaA	C
Lactato cálcico	0,05 %	E327	Merck KGaA	A
Trifosfato potásico	0,05 %	E340iii	Merck KGaA	A
Tetra-fosfato sódico	0,15 %	E450iii	Merck KGaA	A
Genugel LC 4N* (mezcla de carragenano y harina de semillas de algarrobo)	0,6 %	E407 + E410	Kelco	A
Kelcogel (goma Gellan)	0,06 %	E418	Kelco	A
Candurin® Blue ML	0,04 %	E171 + E555	Merck KGaA	B
Colorante adicional	0,0015 %	E131	BASF	C
Aroma	Según las necesidades	-	-	C
Agua	83,6685 %	-	-	-

### Fabricación:

- (1) Poner agua
- (2) Adición de los ingredientes en polvo (A)
- 5 (3) Mezclar bien y empezar a calentar
- (4) Adición de Candurin® (pre-suspendido en agua) (B)
- (5) Calentar a 95-100 °C (1-2 minutos), agitando continuamente
- (6) Fase de enfriado
- (7) Durante la fase de enfriado, adición del ácido cítrico, agentes colorantes adicionales y aromas (C)
- 10 (8) Enfriar a 40-45 °C, agitando continuamente
- (9) Rellenar con la masa los recipientes previstos

### **Ejemplo 6: Comprimidos**

#### Fabricación:

- 15 La coloración de comprimidos se realiza mediante el mencionado proceso de recubrimiento en película. De este modo, en los llamados recubridores se pulverizan disoluciones acuosas de aplicación (sistemas con formadores de película, plastificantes, etc.) sobre los comprimidos que giran continuamente en ellos.

#### **1. Ejemplo**

Producto a colorear: Comprimidos blancos

Composición de la solución de recubrimiento:

Componentes	Parte porcentual	Proveedor
Candurin <sup>®</sup> Gold ML	5 %	Merck KGaA
Sepifilm 050	5 %	Seppic
Agua	90 %	

Cantidad aplicada: 15-20 g/kg de producto

5 **2. Ejemplo**

Producto a colorear: Comprimidos blancos

Composición de la solución de recubrimiento:

Componentes	Parte porcentual	Proveedor
Candurin <sup>®</sup> Yellow ML	3 %	Merck KGaA
Lustre Clear <sup>®</sup>	2,5 %	FMC
Agua	94,5 %	

10 Cantidad aplicada: 5-10 g/kg de producto

**3. Ejemplo**

Producto a colorear: Comprimidos blancos

Composición de la solución de recubrimiento:

Componentes	Parte porcentual	Proveedor
Candurin <sup>®</sup> Blue ML	5 %	Merck KGaA
Opagloss II	6 %	Colorcon
Agua	89 %	

15

Cantidad aplicada: 5-10 g/kg de producto

**4. Ejemplo**

Producto a colorear: Comprimidos blancos

## ES 2 377 315 T3

Composición de la solución de recubrimiento:

<b>Componentes</b>	<b>Parte porcentual</b>	<b>Proveedor</b>
Variochrom Magic Purple**	5 %	BASF
Sepifilm 050	5 %	Seppic
Agua	90 %	
** Pigmento multicapa basado en óxido de hierro recubierto con SiO <sub>2</sub> y óxido de hierro		

Cantidad aplicada: 20-25 g/kg de producto

- 5 La cantidad de disolución aplicada depende tanto del efecto cromático deseado como de la aplicación de polímero necesaria.

**REIVINDICACIONES**

1. Uso de pigmentos multicapa basados en sustratos en forma de escama para la coloración de productos alimentarios o farmacéuticos, caracterizado porque el pigmento multicapa basado en sustratos en forma de escama con recubrimiento múltiple contiene al menos una secuencia de capas (A) (B) (A), siendo
- 5 (A) un recubrimiento de alta refracción compuesto de dióxido de titanio y/u óxido de hierro, y  
 (B) un recubrimiento incoloro de baja refracción con un índice de refracción  $n \leq 1,8$ ,  
 siendo el grosor de todas las capas sobre el sustrato  $\leq 3 \mu\text{m}$ .
2. Uso de pigmentos multicapa para la coloración de productos alimentarios o farmacéuticos según la reivindicación 1, caracterizado porque el sustrato en forma de escama son escamas de mica, talco, caolín, aluminio,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ , vidrio o  $\text{SiO}_2$ .
- 10 3. Uso de pigmentos multicapa para la coloración de productos alimentarios o farmacéuticos según la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque el sustrato en forma de escama es mica natural y/o sintética.
4. Uso de pigmentos multicapa para la coloración de productos alimentarios o farmacéuticos según una o varias de las reivindicaciones de la 1 a la 3, caracterizado porque la capa de alta refracción (A) es  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y/o  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .
- 15 5. Uso de pigmentos multicapa para la coloración de productos alimentarios o farmacéuticos según una o varias de las reivindicaciones de la 1 a la 4, caracterizado porque la capa de baja refracción (B) es  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{AlO}(\text{OH})$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgF}_2$ ,  $\text{MgSiO}_3$  o una mezcla de los óxidos metálicos mencionados.
6. Uso de pigmentos multicapa para la coloración de productos alimentarios o farmacéuticos según una o varias de las reivindicaciones de la 1 a la 5, caracterizado porque la capa (A) del pigmento multicapa presenta un grosor de
- 20 10-500 nm.
7. Uso de pigmentos multicapa para la coloración de productos alimentarios o farmacéuticos según una o varias de las reivindicaciones de la 1 a la 6, caracterizado porque la capa (B) del pigmento multicapa presenta un grosor de 10-500 nm.
8. Uso de pigmentos multicapa para la coloración de productos alimentarios o farmacéuticos según una o varias de las reivindicaciones de la 1 a la 7, caracterizado porque el pigmento multicapa presenta sólo un paquete de capas (A) (B) (A) sobre el sustrato.
- 25 9. Uso de pigmentos multicapa para la coloración de productos alimentarios o farmacéuticos según una o varias de las reivindicaciones de la 1 a la 8, caracterizado porque el pigmento multicapa posee la siguiente construcción de capas:
- 30 sustrato +  $\text{TiO}_2$  +  $\text{SiO}_2$  +  $\text{TiO}_2$   
 sustrato +  $\text{TiO}_2$  +  $\text{SiO}_2$  +  $\text{Fe}_2\text{O}_3$   
 sustrato +  $\text{TiO}_2$  +  $\text{SiO}_2$  +  $\text{Fe}_3\text{O}_4$   
 sustrato +  $\text{TiO}_2$  +  $\text{Al}_2\text{O}_3$  +  $\text{TiO}_2$   
 sustrato +  $\text{TiO}_2$  +  $\text{Al}_2\text{O}_3$  +  $\text{Fe}_2\text{O}_3$
- 35 sustrato +  $\text{TiO}_2$  +  $\text{Al}_2\text{O}_3$  +  $\text{Fe}_2\text{O}_3$   
 sustrato +  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  +  $\text{SiO}_2$  +  $\text{TiO}_2$   
 sustrato +  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  +  $\text{SiO}_2$  +  $\text{TiO}_2$   
 sustrato +  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  +  $\text{Al}_2\text{O}_3$  +  $\text{TiO}_2$   
 sustrato +  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  +  $\text{Al}_2\text{O}_3$  +  $\text{TiO}_2$

10. Uso de pigmentos multicapa para la coloración de productos alimentarios o farmacéuticos según una o varias de las reivindicaciones de la 1 a la 9, caracterizado porque en el pigmento multicapa el TiO<sub>2</sub> se encuentra en la variedad alotrópica rutilo o anatasa.
- 5 11. Uso de pigmentos multicapa para la coloración de productos alimentarios o farmacéuticos según una o varias de las reivindicaciones de la 1 a la 10, caracterizado porque la proporción de pigmento multicapa en el producto alimentario o farmacéutico asciende a 0,0025 hasta 75% en peso, respecto al producto.
12. Uso de pigmentos multicapa para la coloración de productos alimentarios o farmacéuticos según una o varias de las reivindicaciones de la 1 a la 11, caracterizado porque la proporción de pigmento multicapa en el producto alimentario o farmacéutico asciende a 0,005 hasta 15% en peso.
- 10 13. Uso de pigmentos multicapa para la coloración de productos alimentarios o farmacéuticos según una o varias de las reivindicaciones de la 1 a la 12, caracterizado porque los pigmentos multicapa se emplean en combinación con uno o varios pigmentos nacarados, escamas de TiO<sub>2</sub> recubiertas o no recubiertas, escamas de SiO<sub>2</sub>, colorantes naturales o idénticos a los naturales, pigmentos colorantes o extractos colorantes naturales vegetales o frutales.
- 15 14. Uso de pigmentos multicapa para la coloración de productos alimentarios o farmacéuticos según una o varias de las reivindicaciones de la 1 a la 13, caracterizado porque los pigmentos multicapa se mezclan con agentes colorantes naturales o idénticos a los naturales.
15. Uso de pigmentos multicapa para la coloración de productos alimentarios o farmacéuticos según una o varias de las reivindicaciones de la 1 a la 14, caracterizado porque los pigmentos multicapa se mezclan con E 101, E 104, E 110, E 124, E 131, E 132, E 140, E 141, E 151, E160a.
- 20 16. Uso de pigmentos multicapa para la coloración de productos alimentarios o farmacéuticos según una o varias de las reivindicaciones de la 1 a la 15, caracterizado porque los pigmentos multicapa se mezclan con pigmentos colorantes.
- 25 17. Uso de pigmentos multicapa para la coloración de productos alimentarios o farmacéuticos según una o varias de las reivindicaciones de la 1 a la 16, caracterizado porque los pigmentos multicapa se mezclan con E 171, E 172, E 153.
18. Uso de pigmentos multicapa para la coloración de productos alimentarios o farmacéuticos según una o varias de las reivindicaciones de la 1 a la 17, caracterizado porque los pigmentos multicapa se emplean en combinación con extractos vegetales o frutales.
- 30 19. Uso de pigmentos multicapa para la coloración de productos alimentarios o farmacéuticos según una o varias de las reivindicaciones de la 1 a la 18, caracterizado porque los pigmentos multicapa se emplean en combinación con zumo de zanahoria, zumo de remolacha, zumo de saúco, zumo de hibisco, extracto de pimienta, extracto de aronia.
- 35 20. Uso de pigmentos multicapa para la coloración de productos alimentarios o farmacéuticos grageados o recubiertos según una o varias de las reivindicaciones de la 1 a la 19, caracterizado porque los pigmentos multicapa se emplean en combinación con sustancias aromáticas, ácidos y/o sustancias edulcorantes.
- 40 21. Uso de pigmentos multicapa para la coloración de productos alimentarios o farmacéuticos según una o varias de las reivindicaciones de la 1 a la 20, caracterizado porque el producto alimentario o farmacéutico está provisto de un recubrimiento de derivados de celulosa, goma laca, aceites, ceras, goma arábiga, tipos de celulosas, polimetacrilatos, bases de almidón o albúmina, derivados de almidón o albúmina, grasas y derivados grasos o glaseados que contienen pigmentos multicapa y, dado el caso, otros pigmentos y/o agentes colorantes.
- 45 22. Procedimiento para la fabricación de productos alimentarios y farmacéuticos coloreados con pigmentos multicapa según una o varias de las reivindicaciones de la 1 a la 21, caracterizado porque el pigmento multicapa, solo o en combinación con otros pigmentos o agentes colorantes, se añade al producto a colorear directamente o en presencia de agua y/o un disolvente orgánico en las proporciones de cantidades deseadas, simultáneamente o de forma secuencial, durante o tras su fabricación.
23. Productos alimentarios y farmacéuticos que contienen pigmentos multicapa basados en sustratos en forma de escama según una o varias de las reivindicaciones de la 1 a la 21 como agente colorante.