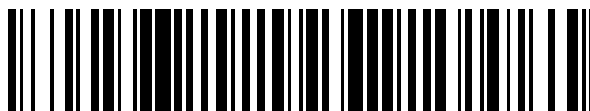


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 422 458**

51 Int. Cl.:

A23L 1/00 (2006.01)

A23L 1/0522 (2006.01)

A23L 1/0524 (2006.01)

A23L 1/053 (2006.01)

A23L 1/0534 (2006.01)

A23L 1/30 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.02.2007 E 07003110 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.05.2013 EP 1964479**

54 Título: **Procedimiento para la producción de un polvo que contiene carotenoides**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
11.09.2013

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**LEUENBERGER, BRUNO H.;
SCHLEGEL, BERND y
VOELKER, KARL MÄNFRED**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 422 458 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

Procedimiento para la producción de un polvo que contiene carotenoides

5 El presente invento se refiere a un procedimiento para la producción de un polvo que contiene uno o más carotenoide(s), además se refiere al polvo obtenible por dicho procedimiento y además a una composición alimenticia, especialmente una bebida (de reconstitución) instantánea, que contiene dicho polvo.

10 Los carotenoides son una fuente particularmente útil de agentes colorantes para una diversidad de alimentos y bebidas. Los carotenoides incluyen caroteno, licopeno, bixina, zeaxantina, criptoxantina, cantaxantina, luteína, beta-apo-8'-carotenal y beta-apo-12'-carotenal, y pueden proporcionar unos pigmentos cromáticos que varían desde el color amarillo al rojo. Un miembro especialmente importante de la clase de los carotenoides es el beta-caroteno, puesto que el beta-caroteno no solamente es útil como un colorante (típicamente de color amarillo, anaranjado y especialmente rojo) sino que también proporciona una valiosa fuente de vitamina A. La mayor parte de los otros carotenoides tienen también otras propiedades beneficiosas además de su capacidad colorante. Por este motivo, los carotenoides son incluidos con frecuencia en alimentos y bebidas como un colorante, especialmente cuando se necesita o desea su propiedad beneficiosa adicional, tal como la fortificación de la vitamina A.

15 El documento de solicitud de patente internacional WO 2007/003543 describe un método para preparar una suspensión acuosa y una formulación pulverulenta de uno o más carotenoide(s), que comprende a) por lo menos un carotenoide, b) por lo menos un almidón modificado, c) sucrosa (sacarosa), donde la suspensión o la formulación pulverulenta comprende, basado en el peso en seco de la suspensión acuosa o en el peso total de la formulación pulverulenta, de 1 a 25 % en peso de por lo menos un carotenoide, y donde la relación ponderal del carotenoide a) a la sacarosa c) es de 1:2 a 1:80.

20 El documento WO 91/06292 describe un procedimiento de preparar un material sólido hidrófilo/aerófilo que puede ser dispersado en agua en la forma de micropartículas discretas, en donde el material sólido es molido en un medio acuoso en la presencia de un hidrocoloide para obtener una suspensión que contiene partículas suspendidas que tienen un tamaño medio de partículas que no supera los 10 μm y dividir finamente y secar la suspensión para obtener un polvo.

25 El documento de patente de los EE.UU. US 6.500.473 describe una composición que comprende unos cuerpos de sustancias colorantes que son revestidos por lo menos parcialmente con pectina de remolacha, pectina de achicoria y/o pectina de alcachofa de Jerusalén (pataca) u otros tipos de pectinas, que tienen un alto grado de acetilación. La composición, que puede ser dispersable en agua, se describe como útil para la preparación de unos productos que mejoran la salud y/o de unos productos colorantes para su uso en la coloración de productos comestibles, incluyendo productos alimenticios y nutracéuticos y para productos de coloración o farmacéuticos.

30 Aunque en la mayor parte de las aplicaciones se desean tanto el efecto colorante como la propiedad beneficiosa adicional, hay otras aplicaciones en las que el intenso color de los carotenoides es una cuestión importante con respecto al deseado color del producto final, especialmente cuando las otras propiedades de los carotenoides están en el foco de la aplicación.

35 Por lo tanto, un objeto del presente invento, que es definido por las reivindicaciones, es proporcionar un polvo que contenga uno o más carotenoide(s), en donde el polvo, en un caso preferido, no debería tener ningún efecto de coloración observable sobre el producto final. Por lo demás, el polvo debería de satisfacer las demandas usuales de una composición alimenticia, tal como la de ser estable a la oxidación, y estar y permanecer distribuida uniformemente en el producto en el transcurso del tiempo, y así sucesivamente.

40 Se ha encontrado de modo sorprendente que el objeto del presente invento se consigue por un procedimiento para la producción de un polvo que contiene uno o más carotenoide(s), que comprende las etapas de

- 45 a) proporcionar una solución acuosa de un polisacárido;
- b) formar una suspensión de carotenoide(s) en la solución de la etapa a);
- c) moler la suspensión de la etapa b) hasta que el tamaño medio de partículas de las partículas de carotenoide(s) esté situado en el intervalo de desde aproximadamente 0,6 μm hasta aproximadamente 1,4 μm ;
- 50 d) secar la suspensión de la etapa c), caracterizado por que la proporción de carotenoide(s) (uno o más compuestos) añadido(s) en la etapa b) está situada en el intervalo de desde 2 hasta 11 % en peso, basada en el peso total de la suspensión, y caracterizado por que las cantidades de agua y de polisacárido(s) (uno o más compuestos) en la solución acuosa de la etapa a) se seleccionan de manera tal que la proporción de polisacárido(s) en la suspensión de acuerdo con la etapa b) del presente invento está situada en el intervalo de desde 15 hasta 25 % en peso, y la proporción de agua en dicha suspensión está situada en el intervalo de desde 50 hasta 70 % en peso, basada en cada caso en el peso total de la suspensión.
- 55

No se podía prever por parte de una persona experta en la especialidad que un polvo obtenible por el procedimiento de acuerdo con el presente invento resolviese las cuestiones antes mencionadas.

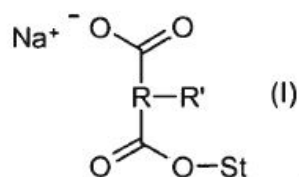
5 La etapa a) del procedimiento de acuerdo con el invento se puede realizar a cualquier temperatura razonable para asegurar una rápida disolución del polisacárido en agua. Para asegurar una completa disolución del polisacárido dentro de un período de tiempo razonable, es preferible un calentamiento a aproximadamente 40 hasta 80 °C.

El término "polisacárido", como se usa en el presente contexto, incluye goma arábiga, pectinas, celulosas, derivados de celulosas y/o polisacáridos modificados.

10 El término "polisacárido modificado" como se usa en el presente contexto, se refiere a unos polisacáridos que contienen un resto lipófilo, p.ej. un resto hidrocarbilo que tiene una longitud de cadena de preferiblemente 5 hasta 18 átomos de carbono en la cadena lineal. Preferiblemente, el polisacárido modificado debería ser aceptable para el consumo humano, es decir que los polisacáridos modificados preferidos deberían ser GRAS (acrónimo de generally recognized as safe = generalmente reconocidos como seguros) o estar aprobados para el consumo de alimentos, tal como se determina por las diversas agencias reguladoras en todo el mundo. Un polisacárido modificado preferido es un almidón alimenticio modificado.

15 El término "almidón alimenticio modificado" como se usa en el presente contexto, se refiere a unos almidones que son producidos a partir de unos almidones sustituidos por métodos químicos conocidos con restos hidrófobos. Por ejemplo, un almidón puede ser tratado con anhídridos de ácidos dicarboxílicos cíclicos, tales como los anhídridos de los ácidos succínico y/o glutárico, sustituidos con un grupo hidrocarbilo alquilo o alquenilo.

Un almidón modificado particularmente preferido de este invento tiene la siguiente fórmula (I)



20 en la que **St** es un almidón, **R** es un radical alquileo y **R'** es un grupo hidrófobo. Preferiblemente, **R** es un radical alquileo inferior, tal como dimetileno o trimetileno. **R'** puede ser un grupo alquilo o alquenilo, que tiene de manera preferible de 5 a 18 átomos de carbono. Un almidón modificado preferido de fórmula (I) es un almidón octenil succinato de sodio ("almidón-OSA"). El término "almidón-OSA" como se usa en el presente contexto, designa a cualquier almidón (procedente de cualquier fuente natural, tal como maíz, trigo, tapioca, patata, o sintetizado) que
 25 había sido tratado con el anhídrido de ácido octenil succínico (OSA = acrónimo de octenyl succinic anhydride). El grado de sustitución, es decir el número de grupos hidroxilo esterificados con respecto al número total de grupos hidroxilo varía usualmente en un intervalo de desde 0,1 % hasta 10 %, de manera preferible en un intervalo de desde 0,5 % hasta 5 %, de manera más preferible en un intervalo de desde 2 % hasta 4 %.

30 Los almidones-OSA pueden contener además unos hidrocoloides, tales como los de un almidón, una maltodextrina, hidratos de carbono, una goma, jarabe de maíz, etc., y opcionalmente cualquier agente emulsionante típico (como agente emulsionante concomitante), tales como mono- y diglicéridos de ácidos grasos, ésteres con poligliceroles de ácidos grasos, lecitinas, monoestearato de sorbitán y una fibra o un azúcar vegetal.

35 Los almidones-OSA están disponibles comercialmente, p.ej. a partir de la entidad National Starch bajo los nombres comerciales HiCap 100, Capsul, Capsul HS, Purity Gum 2000, UNI-PURE, HYLON VII; a partir de Roquette Frères; a partir de CereStar bajo el nombre comercial C*EmCap; o a partir de Tate & Lyle.

40 Es ventajoso que las cantidades de agua y de polisacárido(s) (uno o más compuestos) en la solución acuosa de la etapa a) se seleccionen de tal manera que la proporción de polisacárido(s) en la suspensión de acuerdo con la etapa b) del presente invento esté situada en el intervalo de desde 10 hasta 25 % en peso, y que la proporción de agua en dicha suspensión esté situada en el intervalo de desde 55 hasta 65 % en peso, en cada caso basada en el peso total de la suspensión.

45 De acuerdo con el presente invento, es ventajoso que la proporción de carotenoide(s) (uno o más compuestos) añadido(s) en la etapa b) esté situada en el intervalo de desde 5 a 10 % en peso, en cada caso basada en el peso total de la suspensión.

En una forma preferida de realización del procedimiento del presente invento se añaden otros adyuvantes a la solución de la etapa a) en la etapa b). Los otros adyuvantes se seleccionan preferiblemente entre uno o más de los siguientes conjuntos:

- diluyentes;
- 5 • agentes antioxidantes (solubles en grasas o solubles en agua);
- triglicéridos (aceites y/o grasas);

10 Los diluyentes preferidos se pueden seleccionar entre glicerol y mono-, di- y oligosacáridos. De acuerdo con el presente invento, se prefieren sucrosa, azúcar invertido, glucosa, fructosa, lactosa, maltosa, sacarosa, alcoholes de azúcares y materiales hidrolizados de almidón, tales como dextrinas y maltodextrinas. Se prefieren especialmente las maltodextrinas.

De acuerdo con el presente invento es ventajoso que la proporción de diluyente(s) (uno o más compuestos) en la suspensión esté situada en el intervalo de desde 5 hasta 20 % en peso, de manera preferible de desde 10 hasta 15 % en peso, en cada caso basada en el peso total de la suspensión.

15 Unos preferidos agentes antioxidantes solubles en agua son, por ejemplo, ácido ascórbico o sales del mismo, preferiblemente ascorbato de sodio. Unos preferidos agentes antioxidantes solubles en grasas son por ejemplo tocoferol (sintético o natural); hidroxitolueno butilado (BHT); hidroxianisol butilado (BHA); galato de propilo; terc.-butil hidroxiquinolina y/o ésteres con ácido ascórbico de un ácido graso, preferiblemente palmitato de ascorbilo y/o estearato de ascorbilo. Se prefiere especialmente el dl-tocoferol.

20 De acuerdo con el presente invento, es ventajoso que la proporción de agente(s) antioxidante(s) (uno o más compuestos) en la suspensión esté situada en el intervalo de desde 0,1 hasta 2 % en peso, de manera preferible de desde 0,5 hasta 1,5 % en peso, en cada caso basada en el peso total de la suspensión.

25 El triglicérido se selecciona preferiblemente entre aceites vegetales y/o grasas, de manera preferible aceite de maíz, aceite de girasol, aceite de soja, aceite de alazor o cártamo, aceite de semillas de colza, aceite de cacahuete, aceite de palma, aceite de pepitas de palma, aceite de semillas de algodón y/o aceite de coco, incluyendo las calidades fraccionadas de los mismos. Los triglicéridos pueden ser preferiblemente los denominados MCT (acrónimo de medium chain triglycerides = triglicéridos de cadena mediana), es decir ésteres de ácidos grasos de cadena mediana (preferiblemente ácidos grasos saturados con una longitud de cadena de 6 hasta 12 átomos de C) y glicerol.

30 De acuerdo con el presente invento, es ventajoso que la proporción de triglicérido(s) (uno o más compuestos) en la suspensión esté situada en el intervalo de desde 0 hasta 5 % en peso, de manera preferible de desde 0,2 hasta 2 % en peso, en cada caso basada en el peso total de la suspensión.

35 La etapa de molienda se lleva a cabo preferiblemente con un molino disponible comercialmente. El deseado tamaño medio de partículas de las partículas de carotenoides se consigue ajustando los siguientes parámetros unos con respecto a los otros: la velocidad del rotor (velocidad periférica), el tiempo medio de permanencia en el molino, el material y el tamaño de las perlas de molienda y la carga del molino. Es preferida una baja velocidad del rotor (p.ej. unas velocidades periféricas de desde 1 hasta 5 m/s, preferiblemente de desde 2 hasta 4 m/s), un corto período de tiempo medio de permanencia en el molino (p.ej. de 1 a 10 min), una perlas de vidrio (p.ej. con un diámetro medio de 0,5 a 1,5 mm) y una carga media de 70 a 90 %.

40 Los preferidos parámetros de molienda pueden diferir dependiendo del molino de bolas que se use en la etapa de molienda, pueden ser ajustados con facilidad por una persona experta en la especialidad, sin que se produzca ningún defecto en el invento.

La etapa c) del procedimiento de acuerdo con el presente invento se puede realizar a cualquier temperatura razonable. Es preferible un calentamiento a aproximadamente 40 hasta 60 °C.

45 La etapa de desecación se puede llevar a cabo con cualquier convencional proceso de desecación conocido para una persona experta en la especialidad, se prefieren un proceso de desecación por atomización y/o un proceso de atrapamiento de polvos en donde unas gotitas de suspensión atomizadas son atrapadas en un lecho de un agente adsorbente, tal como un almidón o silicato de calcio o ácido silícico o carbonato de calcio o mezclas de los mismos, y subsiguientemente son secadas.

50 De acuerdo con el presente invento, es ventajoso que el contenido de humedad residual en el polvo obtenido por la etapa de desecación esté situado en el intervalo de desde 4 hasta 6 % en peso, basado en el peso total del polvo.

En una forma preferida de realización del presente invento la suspensión de la etapa c) es secada por atomización. En este caso se prefiere seleccionar los parámetros de desecación por atomización de la siguiente manera:

- Entrada de aire: alrededor de 220 - 180 °C, especialmente alrededor de 200 °C;
- Salida de aire: alrededor de 100 - 70 °C, especialmente alrededor de 80 °C.

5 En una forma preferida de realización del procedimiento del presente invento, se añaden al polvo uno o más agente(s) acondicionador(es) de la fluidez (también citados como agentes antiapelmazantes o intensificadores de la fluidez), a saber durante la etapa de desecación, o en el producto que se obtiene en la etapa d).

Unos preferidos agentes acondicionadores de la fluidez son por ejemplo sílice pirógena (hidrófila) tal como la disponible comercialmente bajo el nombre comercial AEROSIL® a partir de Degussa.

10 De acuerdo con el presente invento, es ventajoso que la proporción de agente(s) acondicionador(es) de la fluidez (uno o más compuestos) en el polvo esté situada en el intervalo de desde 0,1 a 0,5 % en peso, basada en el peso total del polvo.

El presente invento está dirigido también al polvo (polvo seco, perlas microencapsuladas, gránulos y granulados) obtenido por el procedimiento del presente invento tal, como se ha descrito anteriormente. Por lo demás, el presente invento está dirigido además a unos polvos que tienen las mismas propiedades pero han sido obtenidos por diferentes procedimientos, es decir unos polvos obtenibles de acuerdo con el procedimiento del presente invento.

15 El presente invento está dirigido además a una composición alimenticia, especialmente a una bebida que contiene el polvo obtenido/obtenible por el procedimiento descrito. La bebida del presente invento puede ser una composición de base, a la que en su uso se le puede o tiene que añadir agua u otra composición de bebida líquida (tal como leche, zumo y así sucesivamente). La composición de base se puede preparar como un producto en polvo seco (bebida instantánea), que antes del consumo se ha de mezclar con agua u otra composición de bebida líquida, como
20 un concentrado al que se le ha de añadir agua u otra composición de bebida líquida, o como una bebida a la que no se necesita añadir ningún líquido.

25 La proporción de polvo de acuerdo con el presente invento que se ha de añadir a una composición alimenticia, depende de la potencia de dicho polvo, es decir la proporción de carotenoide(s) en el polvo, que, de acuerdo con el presente invento, puede variar entre aproximadamente 10 y aproximadamente 20 % en peso, de manera preferible entre aproximadamente 15 y aproximadamente 20 % en peso, en cada caso basada en el peso total del polvo.

En el caso de bebidas transparentes, la bebida preferida debería tener una claridad óptica que no difiera de una manera significativa con respecto de su claridad óptica antes de la adición del polvo, que, por ejemplo, no aparezca significativamente más turbia al realizar una inspección visual.

30 No se podía prever por parte de una persona experta en la especialidad que una adición del polvo de acuerdo con el presente invento al agua o a otra composición de bebida líquida (tal como leche, zumo y así sucesivamente) no cambiase el color del líquido, es decir no tuviese un efecto colorante visible a simple vista sobre la bebida.

Unas tabletas efervescentes, que comprenden el polvo de este invento, son también una parte de este invento. Las tabletas de este invento pueden también ser disueltas en un líquido, sin cambiar el color con respecto a una tableta efervescente similar, que no contiene el polvo de acuerdo con el presente invento.

35 El invento es ilustrado adicionalmente mediante los siguientes Ejemplos:

Ejemplos:

Ejemplo 1

30 300,0 g de agua se calientan a 80 °C. Se añaden 100,0 g de Capsul (almidón-OSA) y se agita durante 90 min, a 80 °C. Luego se añaden 50,0 g de una maltodextrina, 2,0 g de aceite de maíz, 4,0 g de dl- α -tocoferol, y 36,0 g de beta caroteno cristalino, y se agita durante 30 min.

La suspensión cruda de baja viscosidad es transferida a un molino de bolas comercial sometido a agitación. La temperatura es ajustada a 50 °C y el proceso de molienda se lleva a cabo hasta que se consiga un tamaño medio de partículas de 0,9 μ m. Finalmente, la suspensión molida es secada en un atomizador de Niro. Entrada de aire:
45 200 °C, salida de aire: 80 °C.

Se obtiene un polvo de color rojizo que contiene 17,2 % (p/p = peso/peso) de beta-caroteno. La intensidad de color (E1 % 1 cm) es 0.

Ejemplo 2

50 300,0 g de agua se calientan a 80 °C. Se añaden 100,0 g de Capsul (almidón-OSA) y se agita durante 90 min, a 80 °C. Luego se añaden 52,0 g de una maltodextrina, 4,0 g de dl- α -tocoferol, y 36,0 g de beta caroteno cristalino, y se agita durante 30 min.

ES 2 422 458 T3

La suspensión cruda de baja viscosidad es transferida a un molino de bolas comercial sometido a agitación. La temperatura es ajustada a 50 °C y el proceso de molienda se lleva a cabo hasta que se alcance un tamaño medio de partículas de 0,6 µm. Finalmente, la suspensión molida es secada en un atomizador de Niro.

Entrada de aire: 200 °C, salida de aire: 80 °C.

- 5 Se obtiene un polvo de color rojizo que contiene 17,8 % (p/p = peso/peso) de beta-caroteno. La intensidad de color (E1 % 1 cm) es 22.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción de un polvo que contiene uno o más carotenoide(s), que comprende las etapas de
- 5 a) proporcionar una solución acuosa de un polisacárido;
b) formar una suspensión de carotenoide(s) en la solución de la etapa a);
c) moler la suspensión de la etapa b) hasta que el tamaño medio de partículas de las partículas de carotenoide(s) esté situado en el intervalo de desde aproximadamente 0,6 μm hasta aproximadamente 1,4 μm ;
- 10 d) secar la suspensión de la etapa c),
caracterizado por que la proporción de uno o más compuesto(s) carotenoide(s) añadido(s) en la etapa b) está situada en el intervalo de desde 2 hasta 11 % en peso, basada en el peso total de la suspensión, y
caracterizado por que las cantidades de agua y de uno o más compuesto(s) polisacárido(s) en la solución acuosa de la etapa a) se seleccionan de manera tal que la proporción de polisacárido(s) en la suspensión de acuerdo con la
15 en dicha suspensión esté situada en el intervalo de desde 50 hasta 70 % en peso, en cada caso basada en el peso total de la suspensión.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que el polisacárido se selecciona entre goma arábica, pectinas, celulosas, derivados de celulosas y/o polisacáridos modificados.
3. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado por que el
20 polisacárido se selecciona entre polisacáridos modificados.
4. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que en la etapa b) se añaden a la solución de la etapa a) otros adyuvantes seleccionados entre uno o más de los siguientes conjuntos de diluyentes; agentes antioxidantes tales como agentes antioxidantes solubles en grasas o solubles en agua, triglicéridos tales como aceites y/o grasas.
- 25 5. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la etapa de molienda se lleva a cabo con un molino de bolas.
6. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado por que la etapa de desecación es una etapa de desecación por atomización.
7. Polvo obtenible por un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes.
- 30 8. Alimento, bebida o formulación farmacéutica, que contiene un polvo de acuerdo con la reivindicación 7.
9. Bebida que contiene un polvo de acuerdo con la reivindicación 7.
10. Producto de bebida instantánea en forma de un polvo seco, que antes de ser consumido ha de ser mezclado con agua o con otra composición de bebida líquida, conteniendo dicha bebida instantánea un polvo de acuerdo con la reivindicación 7.