

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 563 640**

51 Int. Cl.:

<b>A23L 2/38</b>	(2006.01) <b>A61K 8/06</b>	(2006.01)
<b>A23D 7/01</b>	(2006.01) <b>A23L 1/302</b>	(2013.01)
<b>A61K 8/31</b>	(2006.01) <b>A23D 7/005</b>	(2006.01)
<b>A61K 8/67</b>	(2006.01)	
<b>A61K 8/73</b>	(2006.01)	
<b>A61Q 19/00</b>	(2006.01)	
<b>A23L 1/30</b>	(2013.01)	
<b>A23L 2/52</b>	(2006.01)	
<b>A23K 1/16</b>	(2013.01)	
<b>A61K 8/34</b>	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.10.2009 E 09783652 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.01.2016 EP 2343986**

54 Título: **Emulsión estable, lista para usar**

30 Prioridad:

**07.10.2008 EP 08165989**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**15.03.2016**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)  
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

**KÖPSEL, CHRISTIAN**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

**ES 2 563 640 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

Emulsión estable, lista para usar

5 La presente invención se refiere a una emulsión estable, lista para usar de vitaminas liposolubles o carotinoides, a un procedimiento para su preparación así como a su uso como aditivo para piensos para animales, alimentos y complementos alimenticios así como agentes cosméticos y farmacéuticos.

10 Las vitaminas liposolubles A, D, E o K así como sus derivados y los carotinoides tal como por ejemplo cantaxantina, astaxantina, zeaxantina, luteína, licopina o  $\beta$ -caroteno en la industria alimentaria y de los piensos, la industria cosmética y la industria farmacéutica, con frecuencia no se utilizan directamente como sustancias puras. Más bien se usan formulaciones de estas sustancias liposolubles, mediante lo cual se permite dispersar las sustancias liposolubles en forma finamente distribuida de manera homogénea en un medio que contiene agua. Comercialmente se utilizan en función del campo de aplicación tanto formulaciones sólidas como líquidas de estas sustancias liposolubles.

15 Mientras que las vitaminas A, D o K se utilizan por regla general, debido a su efecto fisiológico en el organismo vivo, la vitamina E se usa con frecuencia también como agentes antioxidantes *in vitro* en distintas aplicaciones. Los carotinoides, que disponen así mismo de un efecto antioxidante, se utilizan en muchas aplicaciones como colorantes y pueden satisfacer, a este respecto, al mismo tiempo una función fisiológica. El  $\beta$ -caroteno es por ejemplo colorante y provitamina A.

20 En la industria de las bebidas se añaden a las bebidas aditivos, por regla general, en forma de concentrados líquidos. En el caso de formulaciones solubles en agua, en forma de polvo, se preparan habitualmente, en el proceso de producción, en primer lugar dispersiones acuosas a partir de estos polvos. En el caso de formulaciones líquidas, tal como por ejemplo emulsiones, se suprime esta etapa de procedimiento.

25 En el documento EP 0 239 086 se describen emulsiones de un carotinoide disuelto en aceite, utilizándose para la estabilización de las gotas de aceite una mezcla de un éster de un ácido graso de cadena larga con ácido ascórbico y un producto de almidón soluble en agua fría, tal como por ejemplo octenil-succinato de almidón. La concentración de carotinoide en estas emulsiones se encuentra entre el 0,1 y el 2 %.

En el documento EP 0 551 638 se preparan emulsiones líquidas estables de vitaminas liposolubles o carotinoides, siendo la fase exterior glicerol o una mezcla glicerol-agua y utilizándose como emulsionante y estabilizador un éster del ácido ascórbico con ácidos grasos de cadena larga. En el caso de  $\beta$ -caroteno, los preparados se caracterizan por un tono amarillo radiante.

30 Las emulsiones conocidas por el estado de la técnica de principios activos liposolubles, que contienen el emulsionante palmitato de ascorbilo, no son aún satisfactorias para la aplicación en bebidas deportivas ricas en minerales o en el uso de agua potable con un alto contenido en iones calcio o magnesio, dado que en las botellas de las bebidas una formación de anillo, lo que indica una inestabilidad de la emulsión utilizada.

35 La presente invención se basaba en el objetivo de proporcionar una emulsión estable, lista para usar, que tanto presente una buena estabilidad en almacenamiento con respecto al ataque microbiológico, como sea térmicamente insensible y que muestre en particular una estabilidad mejorada en el uso en bebidas que contienen calcio o magnesio o en el uso de agua potable con un alto contenido en iones calcio o magnesio.

Este objetivo se resuelve mediante una emulsión estable, lista para usar que comprende

- 40 a) una fase de aceite dispersada, que comprende una vitamina liposoluble o un carotinoide, y  
b) una fase acuosa, que comprende un polialcohol fisiológicamente compatible y un almidón químicamente modificado como coloide protector soluble en agua, en la que el contenido en la vitamina liposoluble o en el carotinoide asciende al menos al 2 % en peso, y el contenido de una sustancia adicional con efecto emulsionante junto al almidón químicamente modificado es menor del 2 % en peso, refiriéndose los datos de % en peso en cada caso al peso total de la emulsión.

45 En la emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con la invención, el contenido en la vitamina liposoluble o en el carotinoide asciende al menos al 2 % en peso, preferentemente del 3 al 30 % en peso, de manera especialmente preferente del 3 al 12 % en peso, en particular del 3 al 6 % en peso, refiriéndose los datos de % en peso al peso total de la emulsión.

50 En la emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con la invención, el contenido de una sustancia adicional con efecto emulsionante junto al almidón químicamente modificado es menor del 2 % en peso, preferentemente menor del 1 % en peso. Si en el caso de la sustancia adicional con efecto emulsionante se trata de palmitato de ascorbilo, entonces el contenido en palmitato de ascorbilo es preferentemente menor del 0,5 % en peso, de manera especialmente preferente menor del 0,25 % en peso, en particular menor del 0,1 % en peso, refiriéndose los datos de % en peso al peso total de la emulsión.

- En el caso de la vitamina liposoluble puede tratarse por ejemplo de las vitaminas A, D, E o K o de un derivado de la misma. Preferentemente, la emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con la invención, contiene un carotinoide, tal como por ejemplo cantaxantina, astaxantina, zeaxantina, luteína, licopina o  $\beta$ -caroteno. Carotinoides preferidos son licopina o  $\beta$ -caroteno, en particular  $\beta$ -caroteno. La emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con la invención, comprende preferentemente una fase de aceite dispersada, que comprende un carotinoide, preferentemente licopina o  $\beta$ -caroteno, en particular  $\beta$ -caroteno, disuelto en un aceite fisiológicamente compatible.
- Como aceites fisiológicamente compatibles se tienen en cuenta en principio aceites de origen sintético, mineral, vegetal o animal. Ejemplos son aceite de sésamo, aceite de maíz, aceite de semilla de algodón, aceite de soja, aceite de cacahuete, ésteres de ácidos grasos vegetales de cadena media, oleostearina, aceite de parafina, estearato de glicerilo, miristato de isopropilo, adipato de diisopropilo, éster cetilestearílico de ácido 2-etilhexanoico, poliisobuteno hidrogenado, triglicéridos de ácido caprílico / ácido cáprico, aceite de palma, aceite de semilla de palma, lanolina y PUFA (ácidos grasos poliinsaturados), tal como ácido eicosapentaenoico (EPA), ácido docosahexaenoico (DHA) y ácido alfa-linolénico.
- Se prefieren aceites fisiológicamente compatibles de origen vegetal o animal, que son líquidos a 30 °C, tal como aceite de girasol, aceite de palma, aceite de semilla de palma, aceite de sésamo, aceite de maíz, aceite de semilla de algodón, aceite de soja, aceite de cacahuete, ésteres de triglicéridos de cadena media (denominados aceites MCT), aceites de pescado, tal como aceite de caballa, aceite de arenque o aceite de salmón. Se prefieren especialmente aceites fisiológicamente compatibles de origen vegetal, que contienen en su mayor parte solo ácidos grasos saturados, tal como por ejemplo aceite de semilla de palma o aceite de coco, en particular los ésteres que pueden obtenerse de los mismos de triglicéridos de cadena media.
- La emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con la invención, comprende una fase acuosa, que comprende un polialcohol fisiológicamente compatible y un almidón químicamente modificado como coloide protector soluble en agua. Preferentemente, el contenido en el polialcohol fisiológicamente compatible asciende a del 10 al 60 % en peso, de manera especialmente preferente del 30 al 55 % en peso con respecto al peso total de la emulsión.
- En el caso del polialcohol fisiológicamente compatible se trata preferentemente de glicerol, monoésteres de glicerol con ácidos monocarboxílicos C<sub>1</sub>-C<sub>5</sub>, monoéteres de glicerol o sorbitol. Se prefiere especialmente glicerol como polialcohol fisiológicamente compatible.
- Preferentemente, en la emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con la invención, el contenido en el almidón químicamente modificado asciende a del 5 al 40 % en peso, en particular del 10 al 25 % en peso con respecto al peso total de la emulsión.
- Por almidón químicamente modificado se entienden productos de conversión producidos química y/o enzimáticamente del almidón. A este respecto puede tratarse de éteres de almidón, ésteres de almidón o fosfatos de almidón. Representantes preferidos de este grupo son ésteres de almidón, en particular octenil-succinato de almidón tal como por ejemplo Capsul<sup>®</sup> (octenil-succinato sódico de almidón) de la empresa National Starch, Cleargum CO 01 de Roquette o Purity<sup>®</sup> Gum 2000 (octenil-succinato sódico de almidón) de la empresa National Starch, en particular un octenil-succinato sódico de almidón tal como Purity<sup>®</sup> Gum 2000.
- El contenido de la fase de aceite dispersada en la emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con la invención, asciende preferentemente a del 10 al 40 % en peso, en particular del 10 al 30 % en peso con respecto al peso total de la emulsión.
- Se prefiere una emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con la invención, cuya fase de aceite dispersada se compone en más del 90 % en peso, en particular en más del 95 % en peso de un carotinoide y un aceite fisiológicamente compatible.
- Para aumentar la estabilidad del principio activo frente a la degradación oxidativa es ventajoso cuando la emulsión contiene estabilizadores tal como  $\alpha$ -tocoferol, t-butilhidroxitolueno, t-butilhidroxianisol, ácido ascórbico o etoxiquina, en particular  $\alpha$ -tocoferol.
- Se prefiere especialmente una emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con la invención, en la que la fase de aceite dispersada contiene del 3 al 6 % en peso de  $\beta$ -caroteno y del 7 al 20 % en peso de un triglicérido de cadena media, la fase acuosa comprende del 10 al 25 % en peso de octenil-succinato sódico de almidón y del 30 al 55 % en peso de glicerol y el contenido en palmitato de ascorbilo en la emulsión es menor del 0,5 % en peso, preferentemente menor del 0,25 % en peso, en particular menor del 0,1 % en peso, refiriéndose los datos de % en peso en cada caso al peso total de la emulsión.
- En la emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con la invención, la fase de aceite dispersada se encuentra en forma de pequeñas gotas de aceite en la fase acuosa continua. En general, el tamaño de partícula de las gotas de la fase de aceite dispersada puede alcanzar de 100 nm a 100  $\mu$ m. Preferentemente, las gotas de la fase de aceite dispersada presentan un tamaño medio de partícula de 250 a 500 nm.

El dato del tamaño medio de partícula se refiere al diámetro medio ponderado en volumen (véase el manual de Malvern Mastersizer S, Malvern Instruments Ltd., RU), que puede determinarse por medio de la difracción de Fraunhofer.

5 Además del almidón químicamente modificado, las emulsiones estables, listas para usar, de acuerdo con la invención, pueden contener coloides protectores. Para ello se tienen en cuenta por ejemplo las siguientes sustancias:

10 gelatina de vacuno, de cerdo o de pescado, en particular gelatina degradada de manera ácida o básica con números Bloom de 0 a 250, de manera muy especialmente preferente gelatina A 100, A 200, A 240, B 100 y B 200 así como tipos de gelatina de bajo peso molecular, degradados enzimáticamente con el número Bloom 0 y pesos moleculares de 15.000 a 25.000 D tal como por ejemplo Collagel A y Gelitasol P (empresa Stoess, Eberbach) así como mezclas de estos tipos de gelatina.

Almidón, dextrina, pectina, goma arábiga (*gum acacia*), sulfonatos de lignina, quitosán, poli(sulfonato de estireno), alginatos, caseína, caseinato, metilcelulosa, carboximetilcelulosa, hidroxipropilcelulosa o mezclas de estos coloides protectores.

15 Proteínas vegetales, tal como proteínas de soja, de arroz y/o trigo, pudiendo encontrarse estas proteínas vegetales parcialmente degradadas o en forma no degradada.

Un objeto adicional de la invención es también un procedimiento para la preparación de una emulsión estable, lista para usar que comprende

a) una fase de aceite dispersada, que comprende una vitamina liposoluble o un carotinoide, y  
 20 b) una fase acuosa, que comprende un polialcohol fisiológicamente compatible y un almidón químicamente modificado como coloide protector soluble en agua, en la que el contenido en la vitamina liposoluble o en el carotinoide asciende al menos al 2 % en peso, y el contenido de una sustancia adicional con efecto emulsionante junto al almidón químicamente modificado es menor del 2 % en peso, refiriéndose los datos de % en peso en cada caso al peso total de la emulsión,

25 en el que una fase de aceite, que comprende una vitamina liposoluble o un carotinoide, y una fase acuosa, que comprende un polialcohol fisiológicamente compatible y un almidón químicamente modificado como coloide protector soluble en agua, se emulsionan entre sí, y a continuación se homogeneiza la emulsión a presión elevada.

Formas de realización preferidas con respecto a los componentes de la fase de aceite dispersada y la fase acuosa así como sus cantidades de uso se encuentran en las explicaciones ya realizadas al principio.

30 La emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con la invención, se caracteriza, entre otras cosas porque presenta en sí una buena estabilidad en almacenamiento. Además, la emulsión de acuerdo con la invención puede incorporarse sin problemas en bebidas deportivas que contienen calcio o magnesio o en bebidas, que contienen agua potable con un alto contenido en iones calcio o magnesio, presentando las bebidas producidas una buena estabilidad con respecto a una formación de anillo indeseada.

35 La emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con la invención, es adecuada, entre otras cosas, como aditivo para preparados alimenticios, por ejemplo para teñir alimentos tal como bebidas, como agentes para la preparación de preparaciones farmacéuticas y cosméticas así como para la preparación de preparados de complementos nutricionales, por ejemplo de preparados multivitamínicos en el ámbito de los seres humanos y animales. Preferentemente, la emulsión estable, lista para usar, es adecuada como aditivo para bebidas.

40 Otro objeto de la presente invención es por lo tanto también el uso de la emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con la invención, descrita anteriormente, como aditivo para piensos para animales, alimentos, complementos alimenticios así como agentes cosméticos y farmacéuticos, en particular como aditivo para bebidas.

Son así mismo objeto de la presente invención piensos para animales, alimentos y complementos alimenticios, en particular una bebida, que contiene la emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con la invención.

45 La invención se explica mediante los siguientes ejemplos que, sin embargo, no limitan la invención:

### Ejemplos

#### Ejemplo 1

50 En un vaso de precipitados de 1 l, se mezclaron 145 g de agua y 200 g de glicerol y se calentó hasta 60 °C. A esta mezcla se añadieron 93 g de almidón modificado (Purity Gum 2000 de National Starch). La mezcla se dejó hinchar a 60 °C durante 60 minutos. En un matraz de tres bocas de 250 ml se calentaron 65,5 g de dispersión de β-caroteno (Lucarotin 33 MCT, BASF, 33 % en peso de β-caroteno) en un baño de aceite calentado hasta 180 °C, hasta que el β-caroteno se hubo disuelto por completo. La fase de aceite se introdujo entonces en la fase de agua con agitación

con una máquina de dispersión de corona dentada (Ultra Turrax) a 10.000 rpm. Después de un tiempo de emulsión de 15 minutos, se emulsionó finamente la emulsión por medio de un homogeneizador de alta presión a 70 MPa (700 bar). Se obtuvo una emulsión dispersable en agua con el 4 % en peso de  $\beta$ -caroteno. Dispersadas en agua, las gotas de  $\beta$ -caroteno-aceite, presentaban un tamaño medio de partícula de 275 nm.

**REIVINDICACIONES**

1. Emulsión estable, lista para usar, que comprende
  - a) una fase de aceite dispersada, que comprende una vitamina liposoluble o un carotinoide, y
  - b) una fase acuosa, que comprende un polialcohol fisiológicamente compatible y un almidón químicamente modificado como coloide protector soluble en agua,
 en donde el contenido de la vitamina liposoluble o del carotinoide asciende al menos al 2 % en peso, y el contenido de una sustancia adicional con efecto emulsionante junto al almidón químicamente modificado es menor del 2 % en peso, refiriéndose los datos de % en peso en cada caso al peso total de la emulsión.
2. Emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el contenido de la vitamina liposoluble o del carotinoide asciende a del 3 al 30 % en peso con respecto al peso total de la emulsión.
3. Emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, en la que la fase de aceite dispersada comprende un carotinoide disuelto en un aceite fisiológicamente compatible.
4. Emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, en la que el contenido del polialcohol fisiológicamente compatible asciende a del 10 al 60 % en peso con respecto al peso total de la emulsión.
5. Emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, en la que el polialcohol fisiológicamente compatible es glicerol.
6. Emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, en la que el contenido del almidón químicamente modificado asciende a del 5 al 40 % en peso con respecto al peso total de la emulsión.
7. Emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, en la que el contenido de la fase de aceite dispersada asciende a del 10 al 40 % en peso con respecto al peso total de la emulsión.
8. Emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, en la que la fase de aceite dispersada se compone en más del 90 % en peso de un carotinoide y un aceite fisiológicamente compatible.
9. Emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con la reivindicación 1, en la que la fase de aceite dispersada contiene del 3 al 6 % en peso de  $\beta$ -caroteno y del 7 al 20 % en peso de un triglicérido de cadena media, la fase acuosa comprende del 10 al 25 % en peso de octenil-succinato sódico de almidón y del 30 al 55 % en peso de glicerol y el contenido de palmitato de ascorbilo es menor del 0,5 % en peso, refiriéndose los datos de % en peso en cada caso al peso total de la emulsión.
10. Emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9, en la que las gotas de la fase de aceite dispersada presentan un tamaño medio de partícula de 250 a 500 nm.
11. Procedimiento para la preparación de una emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10, en el que una fase de aceite, que comprende una vitamina liposoluble o un carotinoide, y una fase acuosa, que comprende un polialcohol fisiológicamente compatible y un almidón químicamente modificado como coloide protector soluble en agua, se emulsionan entre sí, y a continuación se homogeneiza la emulsión a presión elevada.
12. Uso de la emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10 como aditivo para piensos para animales, alimentos y complementos alimenticios así como agentes cosméticos y farmacéuticos.
13. Uso de la emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10 como aditivo para bebidas.
14. Piensos para animales, alimentos y complementos alimenticios, que comprenden la emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10.
15. Bebida, que comprende la emulsión estable, lista para usar, de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10.