

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 606 462**

51 Int. Cl.:

A61K 8/31 (2006.01)

A61Q 19/00 (2006.01)

A61K 8/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.06.2002 PCT/JP2002/05975**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.12.2002 WO02102902**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.06.2002 E 02736114 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.10.2016 EP 1408092**

54 Título: **Preparación de emulsión de colorante carotenoide**

30 Prioridad:

14.06.2001 JP 2001180367

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

24.03.2017

73 Titular/es:

**SAN-EI GEN F.F.I., INC. (100.0%)
1-1-11, Sanwa-cho
Toyonaka-shi, Osaka 561-8588, JP**

72 Inventor/es:

**FUJII, KAZUYUKI y
INADA, NORIHIKO**

74 Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 606 462 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

Preparación de emulsión de colorante carotenoides

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a una preparación de color emulsionada. En términos concretos, la presente invención se refiere a una preparación de color de carotenoides que se prepara emulsionando un color de carotenoides, que es un color aceitoso que procede de materias primas naturales, de modo que dicha preparación de color pueda ser ampliamente utilizada en diversos tipos de productos, tales como productos alimenticios, fármacos, productos de parafarmacia, productos cosméticos, productos para uso diario, piensos y similares, y especialmente en productos a base de agua. Más particularmente, la presente invención se refiere a una preparación de emulsión de un color de carotenoides (designada "preparación de emulsión de color de carotenoides" en la presente memoria) que presenta en sí misma una elevada estabilidad de emulsión y que es superior en términos de estabilidad de la emulsión preparada, por lo que no surgen problemas tales como la formación de anillos de cuello, precipitación o similares, cuando se utiliza dicha preparación en productos a base de agua.

Además, la presente invención también se refiere a un color de carotenoides utilizado en la obtención de la preparación de color de carotenoides mencionada anteriormente, a un procedimiento para la obtención de dicha preparación de color de carotenoides y a diversas aplicaciones de dicha preparación de color de carotenoides.

Técnica anterior

Un color de carotenoides es un color a base de aceite. En consecuencia, convencionalmente se ha preparado como una preparación acuosa de tipo dispersión (preparación de color emulsionada) utilizando una técnica de emulsión, de modo que dicho color pueda ser ampliamente utilizado en la coloración de productos a base de agua, tales como bebidas y similares. Sin embargo, el color de carotenoides derivado de una materia prima natural generalmente contiene grandes cantidades de impurezas, tales como ácidos grasos libres, fosfolípidos, sustancias gomosas y similares, presentes en dicha materia prima, por lo que es difícil de emulsionar o puede mostrar una estabilidad de almacenamiento baja (estabilidad de emulsión), incluso cuando se emulsiona con éxito. En consecuencia, convencionalmente ha sido difícil obtener una preparación de color que contenga un color de carotenoides en grandes cantidades, es decir, en una concentración elevada. Además, por las razones mencionadas anteriormente, también ha surgido el siguiente problema: en particular, cuando se utiliza una preparación de emulsión de color de carotenoides en un producto a base de agua, tal como bebidas o similares, tienden a tener lugar una formación de anillos de cuello o una precipitación a consecuencia del deterioro de las partículas.

Convencionalmente, se han conocido los siguientes procedimientos como procedimientos para eliminar impurezas procedentes de las materias primas naturales del color de carotenoides: específicamente, un procedimiento en el que una resina oleosa obtenida mediante la extracción de una fracción de aceite y grasa que contiene el color de carotenoides con un disolvente orgánico se hidroliza utilizando un álcali y el color de carotenoides se extrae y se recupera a partir del producto de hidrólisis resultante utilizando un disolvente orgánico (publicación de solicitud de patente japonesa examinada n.º 52-3741), un procedimiento en el que se añade un ácido mineral a una preparación obtenida mediante el tratamiento de una resina oleosa que contiene un color de carotenoides con un álcali y el color de carotenoides se recupera sometiendo la sustancia obtenida, que contiene color de carotenoides, a destilación molecular (publicación de solicitud de patente japonesa examinada n.º 61-52184), un procedimiento en el que una materia prima mixta de un color de carotenoides natural y un aceite y una grasa se somete a un tratamiento de hidrólisis, el producto de la hidrólisis se somete a una extracción con d-limoneno o similares y el color de carotenoides se recupera mediante la eliminación del d-limoneno o similares a partir del extracto en condiciones específicas (publicación de solicitud de patente japonesa sin examinar 1-290659), y similares.

El documento JP-A-08238071 tiene por objeto la obtención de una composición de materia colorante para alimentos con una procesabilidad en el procesamiento de alimentos y unas cualidades alimenticias excelentes, y capaz de mezclar uniformemente una materia colorante en los alimentos por la vía de permitir que esté contenida una cantidad predeterminada de un éster de ácido graso insaturado de poliglicerina en un colorante alimentario soluble en aceite. Dicho documento da a conocer una composición de materia colorante que comprende una materia colorante soluble en aceite para alimentos, tal como una materia colorante de caléndula, etcétera, que contiene el 1-90% de uno o más ésteres de ácido graso insaturado de poliglicerina, tal como un compuesto que tiene un residuo de glicerina polimerizado 2-10 al que se une un ácido graso insaturado de 16-22C a través de un enlace éster.

El documento US-A-5079016 da a conocer composiciones de color estabilizado de bija, tomate, zanahoria, caléndula o carotenoides sintéticos, que comprenden determinados agentes tensioactivos, especialmente composiciones que supuestamente presentan mayor resistencia a la pérdida de color en los alimentos expuestos a estrés oxidativo, en las que también puede estar presente un sustrato sólido comestible para el pigmento o color carotenoides, así como: un procedimiento para estabilizar dicho pigmento de carotenoides frente a la decoloración oxidativa; productos alimenticios que pueden verse sometidos a estrés oxidativo y a los que se da color con una composición de carotenoides de color estabilizado según la invención; un procedimiento para la coloración de un

producto alimenticio que puede verse sometido a estrés oxidativo utilizando una composición de carotenoides de color estabilizado según la invención; la mejora de las características de estabilización del color en las composiciones y de la eficacia de estabilización del color de los procedimientos según la invención mediante la utilización de un antioxidante natural; y la mejora adicional de las características de estabilización del color de las composiciones y de la eficacia de estabilización del color de los procedimientos de la presente invención mediante la utilización adicional de un éster de ácido ascórbico comestible soluble en aceite. Además, también se da a conocer la utilización de un antioxidante natural solo, por ejemplo, un extracto de Labiatae o de té, o un tocoferol, para producir una estabilización del color sorprendentemente eficaz en dichas composiciones de carotenoides, productos alimenticios y procedimientos.

Descripción de la invención

Un objetivo de la presente invención consiste en resolver los problemas mencionados anteriormente, que se producen cuando se utiliza un color de carotenoides de origen natural como materia prima para la obtención de una preparación acuosa de tipo dispersión (una preparación de color emulsionada).

En primer lugar, en términos concretos, un objetivo de la presente invención consiste en dar a conocer una preparación de emulsión de color de carotenoides superior en términos de estabilidad de la emulsión y un color de carotenoides que puede ser utilizado en la obtención de dicha preparación.

En segundo lugar, un objetivo de la presente invención consiste en dar a conocer un procedimiento para obtener la preparación de emulsión de color de carotenoides mencionada anteriormente, que es superior en términos de estabilidad de la emulsión.

En tercer lugar, un objetivo de la presente invención consiste en dar a conocer un procedimiento de estabilización de emulsión para una preparación de emulsión de color de carotenoides.

En cuarto lugar, un objetivo de la presente invención consiste en dar a conocer productos coloreados utilizando una preparación de emulsión de color de carotenoides en los que se elimina significativamente la aparición del fenómeno de formación de anillos de cuello, la deposición (precipitación) de materia insoluble y similares.

Como resultado de sus diligentes investigaciones, los inventores de la presente invención han descubierto que los problemas mencionados anteriormente pueden resolverse utilizando un color de carotenoides de origen natural con una constitución específica como materia prima para una preparación de emulsión de color de carotenoides. La presente invención se ha desarrollado a partir de este descubrimiento.

I. Específicamente, la presente invención es el color de carotenoides que se describe en el siguiente punto 1:

Punto 1. Un color de caléndula preparado a partir de una materia prima natural, que tiene un valor de ácido de 10 o menor y un contenido de sustancias insolubles en acetona del 5% en peso o menor,

en el que el valor de ácido se refiere al número de miligramos de hidróxido de potasio necesarios para neutralizar los ácidos grasos libres contenidos en 1 g del color de caléndula, ajustado de manera que el valor de color $E_{1\text{cm}}^{10\%}$ es de 2.550 y el contenido de sustancias insolubles en acetona se calcula por el siguiente procedimiento:

- (1) a partir de una muestra de color, se toma una muestra de aproximadamente 3 g y se pesa (cantidad de muestra); a continuación, se añaden 50 ml de acetona a dicha muestra y se disuelve, y la muestra se enfría a 5°C;
- (2) la muestra se centrifuga durante 10 minutos a 1.000 x g, y se descarta el sobrenadante; al precipitado se le vuelven a añadir 50 ml de acetona y la mezcla se centrifuga; a continuación, el sobrenadante se descarta y el precipitado se recupera (tratamiento con acetona, 5°C);
- (3) el tratamiento con acetona mencionado anteriormente (5°C) se repite hasta que casi no queda color en el precipitado;
- (4) la acetona se elimina mediante un evaporador a partir del precipitado recuperado por el tratamiento con acetona y se mide el peso del precipitado obtenido (peso de precipitado tratado con acetona);
- (5) el contenido (% en peso) insoluble en acetona contenido en el 100% en peso de la muestra de color se determina mediante la siguiente ecuación:

$$\text{Contenido de sustancias insolubles en acetona (\% en peso)} = [\text{peso de precipitado tratado con acetona (g)}/\text{cantidad de muestra (g)}] \times 100$$

Los siguientes aspectos están incluidos en el color de carotenoides de la presente invención:

- (1-1) El color de caléndula según el punto 1, en el que el valor de ácido es de 5 o menor y el contenido de sustancias insolubles en acetona es del 2% en peso o menor.
- 5 (1-2) El color de caléndula según el punto 1, en el que el color de caléndula se obtiene mediante el tratamiento de un extracto de caléndula obtenido de un animal o una planta que contienen caléndula o de un microorganismo productor de caléndula, por lo menos, por un procedimiento seleccionado entre los siguientes procedimientos:
- 10 (i) un procedimiento en el que se lleva a cabo una extracción utilizando un aceite y una grasa o un disolvente orgánico,
- (ii) un procedimiento en el que se lleva a cabo una hidrólisis utilizando un álcali y la materia residual se elimina mediante enjuague con agua,
- 15 (iii) un procedimiento en el que se añade un ácido o agua y se calienta, y las sustancias gomosas y las proteínas se eliminan por centrifugación,
- (iv) un procedimiento en el que se añade un monoalcohol inferior y se lleva a cabo una alcoholisis para producir un éster de alquilo inferior de ácido graso que contiene caléndula, y en el que la materia residual se elimina por enjuague con agua,
- 20 (v) un procedimiento en el que se lleva a cabo un lavado con un disolvente hidrófilo, la caléndula obtenida se disuelve en acetona fría y la materia residual se elimina por deposición,
- 25 (vi) un procedimiento en el que se lleva a cabo una purificación utilizando un aparato de destilación molecular, y
- 30 (vii) un procedimiento en el que se lleva a cabo una extracción mediante un fluido supercrítico utilizando dióxido de carbono.
- (1-3) El color de caléndula según el punto 1, en el que el valor de ácido está comprendido entre 0,1 y 10 y el contenido de sustancias insolubles en acetona está comprendido entre el 0,1% y el 5% en peso.

35 El color de caléndula mencionado anteriormente es útil como color de materia prima para las preparaciones de emulsión de color de caléndula que se describen a continuación.

II. Las preparaciones emulsionadas de color que se describen en los siguientes puntos 2 a 7 se pueden citar como ejemplos de preparaciones de emulsión de color de caléndula.

40 Punto 2. Una preparación de emulsión de color de caléndula, que se obtiene por emulsión del color de caléndula del punto 1.

45 Punto 3. Una preparación de emulsión de color de caléndula según el punto 2, que se prepara por un procedimiento que comprende los siguientes procesos:

- (i) un proceso en el que se mezclan un aceite y una grasa con un color de caléndula, si es necesario, el color de caléndula o la mezcla obtenida anteriormente se calientan y se disuelven, de modo que se obtiene un componente de fase oleosa,
- 50 (ii) un proceso en el que un agente emulsionante y un componente de fase acuosa se mezclan con el componente de fase oleosa obtenido en el proceso mencionado anteriormente (i), y
- (iii) un proceso en el que se emulsiona la mezcla obtenida en el proceso mencionado anteriormente (ii).
- 55

Punto 4. La preparación de emulsión de color de caléndula según el punto 3, que se prepara además por un procedimiento que comprende (iv) un proceso en el que el producto emulsionado obtenido en el proceso mencionado anteriormente (iii) se seca, o un proceso en el que este producto se granula.

60 Punto 5. La preparación de emulsión de color de caléndula según cualquiera de los puntos 2 a 4, que es una preparación de color que tiene una forma líquida, una forma de polvo o una configuración granular.

65 Punto 6. La preparación de emulsión de color de caléndula según cualquiera de los puntos 2 a 5, que contiene un color de caléndula en una proporción comprendida entre el 0,01% y el 50% en peso por el 100% en peso de la preparación de emulsión de color de caléndula.

Los siguientes aspectos están incluidos en la preparación de emulsión de color de carotenoides de la presente invención:

- 5 (II-1) La preparación de emulsión de color de caléndula según cualquiera de los puntos 2 a 6, en la que el color de caléndula que se utiliza como materia prima tiene un valor de ácido de 5 o menor y un contenido de sustancias insolubles en acetona del 2% en peso o menor cuando se ajusta de tal modo que el valor de color $E_{1\text{cm}}^{10\%}$ es de 2.550.
- 10 (II-2) La preparación de emulsión de color de caléndula según cualquiera de los puntos 2 a 6, que contiene un color de caléndula en una proporción comprendida entre el 0,05% y el 40% en peso, preferentemente entre el 0,1% y el 30% en peso por el 100% en peso de la preparación de emulsión de color de caléndula.
- 15 (II-3) La preparación de emulsión de color de caléndula según cualquiera de los puntos 2 a 6, que contiene un color de caléndula en una proporción comprendida entre el 10% y el 50% en peso, entre el 15% y el 50% en peso o entre el 20% y el 50% en peso por el 100% en peso de la preparación de emulsión de color de caléndula.
- 20 (II-4) La preparación de emulsión de color de caléndula según cualquiera de los puntos 2 a 6, en la que el color de caléndula que se utiliza como materia prima se prepara mediante el tratamiento de un extracto de caléndula obtenido de un animal o una planta que contienen caléndula o de un microorganismo productor de caléndula, por lo menos, por un procedimiento seleccionado entre los siguientes procedimientos:
- 25 (1) un procedimiento en el que se lleva a cabo una extracción utilizando un aceite y una grasa o un disolvente orgánico,
- (2) un procedimiento en el que se lleva a cabo una hidrólisis utilizando un álcali y la materia residual se elimina mediante enjuague con agua,
- 30 (3) un procedimiento en el que se añade un ácido o agua y se calienta, y las sustancias gomosas y las proteínas se eliminan por centrifugación,
- (4) un procedimiento en el que se añade un monoalcohol inferior y se lleva a cabo una alcoholisis para producir un éster de alquilo inferior de ácido graso que contiene caléndula, y en el que la materia residual se elimina por enjuague con agua,
- 35 (5) un procedimiento en el que se lleva a cabo un lavado con un disolvente hidrófilo, la caléndula obtenida se disuelve en acetona fría y la materia residual se elimina por deposición,
- 40 (6) un procedimiento en el que se lleva a cabo una purificación utilizando un aparato de destilación molecular, y
- (7) un procedimiento en el que se lleva a cabo una extracción mediante un fluido supercrítico utilizando dióxido de carbono.

45 En el caso de la preparación de emulsión de color de caléndula de la presente invención, dado que la propia preparación es superior en términos de estabilidad de la emulsión, el color de caléndula puede estar contenido de manera estable en dicha preparación de emulsión, incluso aunque la cantidad de dicho color de caléndula sea grande. Específicamente, la presente invención hace posible proporcionar una preparación de color que puede contener un color de caléndula en una concentración elevada. Mediante la utilización de esta preparación de color de concentración elevada, se pueden colorear objetos con una pequeña cantidad de la preparación; en consecuencia, el problema de odorización que puede causar la preparación de color se puede resolver de manera significativa.

55 En general, cuando se utilizan preparaciones de color emulsionadas, preparadas a partir de colores de carotenoides de origen natural, para la coloración de productos a base de agua, tales como bebidas o similares, se producen los problemas de formación de anillos de cuello y de precipitación a consecuencia del deterioro de las partículas emulsionadas. Sin embargo, si se utiliza la preparación de emulsión de color de caléndula mencionada anteriormente, según la presente invención, se obtiene la siguiente ventaja: particularmente, dado que se elimina de manera significativa dicho deterioro de las partículas emulsionadas, los fenómenos mencionados anteriormente de formación de anillos de cuello, precipitación y similares tienden a no aparecer.

III. Además, la presente invención también da a conocer un producto coloreado, descrito en los siguientes puntos 7 u 8, que se prepara utilizando la preparación de emulsión de color de caléndula mencionada anteriormente.

65 Punto 7. Un producto seleccionado entre productos alimenticios, fármacos, productos de parafarmacia, productos cosméticos, productos de uso diario y piensos, a los que se da color con la preparación de emulsión de color de

caléndula según cualquiera de los puntos 2 a 6.

Punto 8. El producto descrito en el punto 7, que es un producto alimenticio.

5 Los productos coloreados mencionados anteriormente son productos en los que se utiliza la preparación de emulsión de color de caléndula mencionada anteriormente, según la presente invención, como colorante. En los
10 productos coloreados de la presente invención, cuando se utiliza una preparación de color que contiene una concentración elevada de un color de caléndula como el colorante mencionado anteriormente, una pequeña cantidad de esta preparación es suficiente; en consecuencia, la adhesión de olores procedentes de la preparación
15 de color se puede suprimir de manera significativa. Además, cuando el producto coloreado de la presente invención es un producto a base de agua, tal como un dulce frío (especialmente un dulce helado), una bebida, una loción, una emulsión o similares, también se puede obtener la siguiente ventaja: en particular, se puede eliminar de manera significativa la aparición de fenómenos tales como la formación de anillos de cuello y la precipitación (deposición de materia insoluble) provocada por el deterioro de las partículas emulsionadas.

IV. Además, la presente invención también proporciona los procedimientos para estabilizar la emulsión de una preparación de emulsión de color de carotenoides, tal como se describe en los siguientes puntos 9 a 11:

20 Punto 9. Un procedimiento para estabilizar la emulsión de una preparación de emulsión de color de caléndula en forma líquida, que comprende la utilización del color de caléndula según el punto 1 como un color de caléndula de materia prima que está emulsionado.

25 Punto 10. El procedimiento para estabilizar la emulsión de una preparación de emulsión de color de caléndula en forma líquida, según el punto 9, en el que el color de caléndula, que se utiliza como color de caléndula de materia prima que está emulsionado, que tiene un valor de ácido de 10 o menor y un contenido de sustancias insolubles en acetona del 5% en peso o menor cuando se ajusta de tal modo que el valor de color $E^{10\%}_{1\text{cm}}$ es de 2.550, se obtiene mediante el tratamiento de un extracto de caléndula, obtenido de un animal o planta que contiene caléndula o un microorganismo productor de caléndula, por lo menos, por un procedimiento seleccionado entre los siguientes procedimientos:

- 30 (1) un procedimiento en el que se lleva a cabo una extracción utilizando un aceite y una grasa o un disolvente orgánico,
35 (2) un procedimiento en el que se lleva a cabo una hidrólisis utilizando un álcali y la materia residual se elimina mediante enjuague con agua,
40 (3) un procedimiento en el que se añade un ácido o agua y se calienta, y las sustancias gomosas y las proteínas se eliminan por centrifugación,
45 (4) un procedimiento en el que se añade un monoalcohol inferior y se lleva a cabo una alcoholisis para producir un éster de alquilo inferior de ácido graso que contiene caléndula, y en el que la materia residual se elimina por enjuague con agua,
50 (5) un procedimiento en el que se lleva a cabo un lavado con un disolvente hidrófilo, la caléndula obtenida se disuelve en acetona fría y la materia residual se elimina por deposición,
(6) un procedimiento en el que se lleva a cabo una purificación utilizando un aparato de destilación molecular, y
(7) un procedimiento en el que se lleva a cabo una extracción mediante un fluido supercrítico utilizando dióxido de carbono.

55 Punto 11. El procedimiento para estabilizar la emulsión de una preparación de emulsión de color de caléndula en forma líquida, según el punto 9 o el punto 10, en el que la preparación de emulsión de color de caléndula se prepara por un procedimiento que comprende (i) un proceso en el que, si es necesario, se mezclan un aceite y una grasa con un color de caléndula, el color de caléndula o la mezcla obtenida anteriormente se calienta y se disuelve, de modo que se obtiene un componente de fase oleosa, (ii) un proceso en el que un agente emulsionante y un componente de fase acuosa se mezclan con el componente de fase oleosa obtenido en el proceso mencionado anteriormente (i), y (iii) un proceso en el que se emulsiona la mezcla obtenida en el proceso mencionado anteriormente (ii).

60 Los siguientes aspectos están incluidos en el procedimiento según la presente invención para estabilizar la emulsión de una preparación de emulsión de color de carotenoides:

- 65 (IV-1) El procedimiento para estabilizar la emulsión de una preparación de emulsión de color de carotenoides, según cualquiera de los puntos 9 a 11, en el que el color de carotenoides que se utiliza como materia prima es un color que tiene un valor de ácido de 5 o menor y un contenido de sustancias insolubles en

acetona del 2% en peso o menor cuando se ajusta de tal modo que el valor de color $E^{10\%}_{1\text{cm}}$ es de 2.550.

Mejor modo de poner en práctica la invención

5 I. Preparación de emulsión de color de caléndula y color de caléndula utilizado en la preparación de la misma

La preparación de emulsión de color de caléndula de la presente invención es una preparación de emulsión de color de caléndula que se emulsiona utilizando un color procedente de una materia prima natural con un valor de ácido de 10 o menor y un contenido de sustancias insolubles en acetona del 5% en peso o menor cuando el valor de color $E^{10\%}_{1\text{cm}}$ es de 2.550, tal como un color de caléndula utilizado en la preparación de la preparación de emulsión de color de caléndula.

No se imponen restricciones particulares al color de caléndula que se utiliza en la presente invención, siempre que dicho color sea de origen natural.

En la presente invención se utilizan colores de caléndula. Además, la preparación de emulsión de color de caléndula de la presente invención puede contener un solo color de caléndula de este tipo o puede contener dos o más colores de este tipo en cualquier combinación.

En la presente invención, el término "valor de color ($E^{10\%}_{1\text{cm}}$)" se refiere a la absorbancia de una solución que contiene el color de caléndula a una concentración del 10% p/v (longitud de onda de medición: longitud de onda de absorción máxima del color de caléndula, anchura de la celda de medición: 1 cm). Normalmente, este valor de color ($E^{10\%}_{1\text{cm}}$) se puede determinar mediante la medición de la absorbancia de una solución que contiene el color de caléndula a la longitud de onda de absorción máxima dentro de la región visible (anchura de la celda de medición: 1 cm) del color de caléndula, y convirtiendo esta absorbancia en la absorbancia de una solución que contiene el color de caléndula a una concentración del 10% p/v. Además, cuando se utiliza un color de caléndula como color de caléndula, la medición del valor de color mencionado anteriormente se puede llevar a cabo utilizando una solución de n-hexano que contiene el color de caléndula como la solución mencionada anteriormente que contiene el color de caléndula, y adoptando una longitud de onda de aproximadamente 442 nm como longitud de onda de medición.

Además, en la presente invención, el término "índice de acidez" se refiere al número de miligramos de hidróxido de potasio necesarios para neutralizar los ácidos grasos libres contenidos en 1 g del color de caléndula. En concreto, el valor de ácido del color de caléndula se puede calcular por el procedimiento siguiente.

35 <Método utilizado para calcular el valor de ácido >

- (1) Se añade una cantidad igual de agua caliente a una muestra de color y la mezcla obtenida se mezcla completamente a 70°C.
- 40 (2) Esta mezcla se centrifuga durante 10 minutos a 1.000 x g y, a partir del sobrenadante, se recoge una muestra de aproximadamente 5 g y se pesa (cantidad de muestra).
- (3) Se añaden a la muestra 100 g de etanol al 95% en volumen y la mezcla resultante se agita durante 15 minutos a entre 50°C y 60°C.
- 45 (4) La mezcla se enfría a temperatura ambiente y se valora con una solución de etanol que contiene KOH 0,1 N.
- (5) Durante la valoración se mide el pH de la mezcla, se determina el punto de inflexión y el valor de ácido se calcula a partir del título obtenido aplicando la siguiente ecuación.

50 <Ecuación 1>

$$\text{Índice de acidez} = \text{título (ml)} \times 56,11 \times 0,1 \times 0,96 / \text{cantidad de muestra (g)}$$

En cuanto al color de caléndula que se utiliza en la presente invención, un color tal que el valor de ácido es de 10 o menor cuando el color se ajusta de modo que el valor de color ($E^{10\%}_{1\text{cm}}$) es de 2.550 se utiliza como materia prima de color de la preparación de emulsión de color de caléndula. Además, es deseable un valor de ácido lo más bajo posible; por ejemplo, el valor de ácido es, preferentemente, de 5 o menor, más preferentemente, de 1 o menor, y aún más preferentemente, de 0,5 o menor. Dado que es deseable que el valor de ácido sea lo más bajo posible, tal como se ha mencionado anteriormente, no se impone ninguna restricción particular al límite inferior del valor de ácido; sin embargo, puede citarse como ejemplo un valor de aproximadamente 0,1.

Además, en la presente invención, el término "sustancias insolubles en acetona" es un término que refleja la cantidad de sustancias no saponificadas, tales como fosfolípidos, sustancias gomosas, proteínas, ceras, esteroides y similares, contenidas en el color de caléndula procedente de las materias primas naturales. El contenido de dichas sustancias insolubles en acetona (contenido de sustancias insolubles en acetona) comprendido en el color de

caléndula se puede calcular por el procedimiento siguiente.

<Procedimiento para medir el contenido de sustancias insolubles en acetona>

- 5 (1) A partir de una muestra de color, se toma una muestra de aproximadamente 3 g y se pesa (cantidad de muestra); a continuación, se añaden 50 ml de acetona a dicha muestra y se disuelve, y la muestra se enfría a 5°C.
- 10 (2) Esta muestra se centrifuga durante 10 minutos a 1.000 x g, y se descarta el sobrenadante. Al precipitado se le vuelven a añadir 50 ml de acetona y la mezcla se centrifuga. A continuación, el sobrenadante se descarta y el precipitado se recupera (tratamiento con acetona, 5°C).
- 15 (3) El tratamiento con acetona mencionado anteriormente (5°C) se repite hasta que casi no queda color en el precipitado.
- (4) La acetona se elimina mediante un evaporador a partir del precipitado recuperado por el tratamiento con acetona y se mide el peso del precipitado obtenido (peso de precipitado tratado con acetona).
- 20 (5) El contenido (% en peso) insoluble en acetona contenido en el 100% en peso de la muestra de color se determina mediante la siguiente ecuación.

<Ecuación 2>

25 Contenido de sustancias insolubles en acetona (% en peso) = (peso de precipitado tratado con acetona (g)) x 100/cantidad de muestra (g)

En cuanto al color de caléndula que se utiliza en la presente invención, un color tal que el contenido de sustancias insolubles en acetona en el color es del 5% en peso o menor cuando el color se ajusta de modo que el valor de color ($E^{10\%}_{1\text{cm}}$) es de 2.550 se utiliza como materia prima de color de la preparación de emulsión de color de caléndula. Además, es deseable que el contenido de sustancias insolubles en acetona sea lo más bajo posible; por ejemplo, dicho contenido es, preferentemente, del 2,5% en peso o menor, y más preferentemente, del 2% en peso o menor, y aún más preferentemente, del 1% en peso o menor. Dado que es deseable que el contenido de sustancias insolubles en acetona sea lo más bajo posible, tal como se ha mencionado anteriormente, no se impone ninguna restricción particular al límite inferior de dicho contenido; sin embargo, puede citarse como ejemplo un valor de aproximadamente el 0,1% en peso.

Además, el valor de color mencionado anteriormente ($E^{10\%}_{1\text{cm}} = 2.550$) se utiliza como referencia para indicar el valor de ácido y el contenido de sustancias insolubles en acetona del color de caléndula utilizado como materia prima en la obtención de la preparación de emulsión de color de caléndula. Específicamente, es suficiente que el color de caléndula utilizado como materia prima en la obtención de la preparación de emulsión de color de caléndula de la presente invención sea un color en el que el valor de ácido y el contenido de sustancias insolubles en acetona están comprendidos en los intervalos mencionados anteriormente cuando el color se ajusta de tal modo que el color tiene el valor de color mencionado anteriormente; no es necesario que el propio color de caléndula utilizado como materia prima para la preparación tenga el valor de color mencionado anteriormente. Normalmente, es deseable utilizar el color de caléndula, ajustado de tal modo que el valor de color ($E^{10\%}_{1\text{cm}}$) está comprendido entre 1.000 y 7.500, en la obtención de la preparación de emulsión de color de caléndula. En particular, es deseable utilizar un color de caléndula, ajustado de tal modo que el valor de color ($E^{10\%}_{1\text{cm}}$) está comprendido entre 2.550 y 5.000, en la obtención de una preparación de emulsión de color de caléndula.

50 Es suficiente que el color de caléndula utilizado en la presente invención sea un color procedente de una materia prima natural, y que tenga un valor de ácido y un contenido de sustancias insolubles en acetona determinados, por ejemplo, un valor de ácido de 10 o menor y un contenido de sustancias insolubles en acetona del 5% en peso o menor, preferentemente, un valor de ácido de 5 o menor y un contenido de sustancias insolubles en acetona del 2% en peso o menor, y más preferentemente un valor de ácido de 2 o menor y un contenido de sustancias insolubles en acetona del 1% en peso o menor, cuando el color se ajusta de tal modo que el valor de color ($E^{10\%}_{1\text{cm}}$) es de 2.550. Dentro de estos límites, no se imponen restricciones particulares al procedimiento de preparación.

60 Por ejemplo, entre los procedimientos convencionales que se utilizan para preparar colores de caléndula se incluyen procedimientos que comprenden someter a animales o plantas que contienen caléndula, o a microorganismos productores de caléndula (materias primas), tales como los descritos anteriormente, que se encuentran "tal como son" (en forma bruta) o en forma seca y, si es necesario, se pulverizan adicionalmente, al siguiente tratamiento de extracción:

- 65 (i) un tratamiento en el que el color de caléndula se extrae de las materias primas utilizando un aceite comestible, tal como aceite de soja, aceite de colza, aceite de maíz o similares, como disolvente de extracción, o (ii) un tratamiento en el que el color de caléndula se extrae de las materias primas utilizando un disolvente orgánico, tal

como acetona, acetato de etilo, n-hexano o un alcohol alifático inferior con de 1 a 6 átomos de carbono (por ejemplo, etanol o similares), como disolvente de extracción, y a continuación se destila el disolvente orgánico mencionado anteriormente.

- 5 En la mayoría de los colores de caléndula preparados por dichos procedimientos convencionales, cuando el valor de color ($E^{10\%}_{1\text{cm}}$) se ajusta a 2.550, el color tiene una de las siguientes propiedades: en particular, el valor de ácido es mayor de 10 o el contenido de sustancias insolubles en acetona es mayor del 5% en peso.

10 El color de caléndula que se utiliza en la presente invención también se puede preparar combinando apropiadamente los procesos de tratamiento utilizados en la preparación de los colores de caléndula convencionales conocidos, u optimizando las condiciones (por ejemplo, seleccionando apropiadamente el disolvente de extracción y las condiciones de extracción o similares) aplicadas en los procesos de tratamiento mencionados anteriormente, de acuerdo con el objetivo de alcanzar un valor de ácido de 10 o menor y un contenido de sustancias insolubles en acetona del 5% en peso o menor cuando el valor de color ($E^{10\%}_{1\text{cm}}$) es de 2.550. Se puede citar como ejemplo de un procedimiento de preparación adecuado un procedimiento en el que un extracto de carotenoide, preparado a partir de un animal o planta que contiene caléndula o un microorganismo productor de caléndula por los procedimientos conocidos mencionados anteriormente, se somete adicionalmente a los tratamientos descritos a continuación.

20 Entre los ejemplos de dichos tratamientos se incluyen tratamientos en los que el extracto de carotenoide mencionado anteriormente, preparado a partir de un animal o planta que contiene caléndula o un microorganismo productor de caléndula, es tratado por (1) un procedimiento en el que se lleva a cabo una extracción utilizando un disolvente de extracción cualquiera, tal como un aceite y una grasa, un disolvente orgánico o similares (método de extracción), (2) un procedimiento en el que se lleva a cabo una hidrólisis utilizando un álcali y la materia residual se elimina mediante enjuague con agua (método de hidrólisis alcalina), (3) un procedimiento en el que se añaden y se mezclan ácido fosfórico, agua o similares con calentamiento simultáneo, y en el que a continuación se eliminan las sustancias gomosas o proteínas por centrifugación (tratamiento de eliminación de gomas, tratamiento de eliminación de proteínas), (4) un procedimiento en el que se añade un alcohol inferior y se lleva a cabo una alcoholólisis para producir un éster de alquilo inferior de ácido graso que contiene carotenoide, y en el que a continuación se elimina la materia residual por enjuague con agua (método de alcoholólisis), (5) un procedimiento en el que el lavado se lleva a cabo con un disolvente hidrófilo, tal como etanol o similar, el carotenoide obtenido de este modo se disuelve en acetona fría, de modo que se deposita la materia residual, y a continuación se elimina la materia residual mediante un procedimiento de separación, tal como filtración, precipitación, centrifugación o similar (método de deposición), (6) un procedimiento en el que se lleva a cabo una purificación utilizando un aparato de destilación molecular (método de destilación molecular), o (7) un procedimiento en el que se lleva a cabo una extracción mediante un fluido supercrítico utilizando dióxido de carbono (método de extracción supercrítico). Además, estos tratamientos pueden llevarse a cabo individualmente, o se pueden utilizar dos o más tratamientos en cualquier combinación.

40 En el presente contexto, como ejemplos de aceites o grasas se pueden citar aceites comestibles, tales como aceite de soja, aceite de colza, aceite de maíz y similares; y se pueden citar acetona, acetato de etilo, n-hexano y alcoholes alifáticos inferiores con entre 1 y 6 átomos de carbono (por ejemplo, etanol o similares) como ejemplos de disolventes orgánicos que se pueden utilizar en el procedimiento de extracción (1). Cuando se utiliza un disolvente orgánico como disolvente de extracción, es deseable llevar a cabo un tratamiento que elimine el disolvente de extracción por destilación después del tratamiento de extracción.

45 Entre los ejemplos de álcalis que se pueden utilizar en el procedimiento de hidrólisis alcalina (2) se incluyen hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, hidróxido de calcio, metilato de sodio y similares. La hidrólisis se puede llevar a cabo mediante la adición de una solución acuosa de un álcali de este tipo al extracto de carotenoide y mezclando esta mezcla con calentamiento y agitación.

50 Para describir el tratamiento de eliminación de gomas/tratamiento de eliminación de proteínas (3) con mayor detalle, este tratamiento se puede llevar a cabo mediante la adición de uno o más disolventes seleccionados entre ácidos (tales como ácido fosfórico, ácido cítrico y similares) y agua, al extracto de carotenoides, y calentando y agitando la mezcla resultante.

55 En términos concretos, se pueden citar etanol, metanol y similares como ejemplos de monoalcoholes inferiores que se pueden utilizar en el procedimiento de alcoholólisis (4). Dicha alcoholólisis se puede llevar a cabo mediante la adición del alcohol mencionado anteriormente al extracto de carotenoides, el calentamiento y agitación de la mezcla resultante, la realización de una separación de capas dejando reposar la mezcla y, a continuación, la eliminación de la capa de alcohol.

60 El disolvente hidrófilo utilizado en el procedimiento de deposición (5) puede ser cualquier disolvente en el que no se disuelva el color de caléndula; entre los ejemplos concretos de dichos disolventes se incluyen el etanol, el metanol y las soluciones acuosas de estos alcoholes.

65 El procedimiento de destilación molecular (6) y el procedimiento de extracción supercrítica (7) se pueden llevar a cabo, respectivamente, según procedimientos comúnmente conocidos.

Además, en los procedimientos de tratamiento (1) a (7) mencionados anteriormente no se imponen restricciones particulares a las condiciones de tratamiento; estos procedimientos se pueden llevar a cabo con las condiciones de tratamiento ajustadas adecuadamente, de manera que se puede preparar un color de caléndula con un valor de ácido de 10 o menor y un contenido de sustancias insolubles en acetona del 5% en peso o menor, preferentemente un valor de ácido de 5 o menor y un contenido de sustancias insolubles en acetona del 2% en peso o menor, y aún más preferentemente un valor de ácido de 2 o menor y un contenido de sustancias insolubles en acetona del 1% en peso o menor, cuando el color de caléndula que se prepara se ajusta de modo que el valor de color ($E^{10\%}_{1\text{cm}}$) es de 2.550.

Los procedimientos de preparación adecuados para el color de caléndula que se utiliza en la presente invención varían según el tipo de color de caléndula y el tipo de materia prima natural que se utiliza, por lo que no se imponen restricciones particulares a estos procedimientos. Sin embargo, se puede citar el siguiente procedimiento.

Se pulverizan los pétalos secos de caléndula, si es necesario, y esta preparación se sumerge (inmersión en caliente o inmersión en frío) en un disolvente orgánico, tal como acetona, acetato de etilo, n-hexano o un alcohol inferior, con entre 1 y 6 átomos de carbono (por ejemplo, etanol), preferentemente n-hexano, de manera que se extrae una fracción que contiene un color de caléndula. El disolvente orgánico se elimina por destilación del extracto obtenido y el residuo se lava con un disolvente orgánico hidrófilo, tal como un alcohol inferior con entre 1 y 6 átomos de carbono (preferentemente, etanol) o similar. Además, es deseable llevar a cabo este lavado a entre 20 y 75°C. Tras este lavado, el componente soluble y el componente insoluble se separan mediante cualquier procedimiento de separación, tal como centrifugación, precipitación, filtración o similares. El componente insoluble obtenido se disuelve en acetona y la solución se enfría (a aproximadamente 5°C); a continuación, la materia residual depositada se elimina por cualquier procedimiento de separación y se recupera la fracción insoluble en acetona. La acetona se elimina por destilación de esta fracción insoluble en acetona y el residuo se recupera como un color de caléndula.

Además, el valor de color, el valor de ácido y el contenido de sustancias insolubles en acetona del color de caléndula obtenido de este modo se pueden evaluar utilizando los respectivos procedimientos descritos anteriormente.

La preparación de emulsión de color de caléndula de la presente invención se puede preparar utilizando el color de caléndula preparado a partir de una materia prima natural, tal como se ha descrito anteriormente, como materia prima de esta preparación, mediante la emulsión del color de caléndula. No se imponen restricciones particulares al procedimiento de emulsión utilizado; dicha emulsión se puede llevar a cabo por procedimientos convencionales.

En términos concretos, la preparación de emulsión de color de caléndula de la presente invención se puede preparar utilizando el color de caléndula mencionado anteriormente como materia prima por un procedimiento que comprende (i) un proceso en el que se mezclan un aceite y una grasa con este color, si es necesario, un color o la mezcla obtenida anteriormente se calientan y se disuelven, de modo que se obtiene un componente de fase oleosa (proceso de preparación del componente de fase oleosa), (ii) un proceso en el que un agente emulsionante y un componente de fase acuosa se mezclan con este componente de fase oleosa (proceso de mezcla), y (iii) un proceso en el que se emulsiona la mezcla obtenida (proceso de emulsión).

(i) Proceso de preparación del componente de fase oleosa

La preparación del componente de fase oleosa se puede llevar a cabo calentando y disolviendo el color de caléndula. En este contexto, no se imponen restricciones particulares a la temperatura de calentamiento, siempre y cuando se trate de una temperatura a la que el color de caléndula se disuelve o se convierte de sólido a líquido; esta temperatura se puede fijar adecuadamente y ajustarse de acuerdo con el tipo de color de caléndula utilizado. Por ejemplo, cuando se utiliza un color de caléndula como color de caléndula, la temperatura de calentamiento está comprendida entre 60°C y 120°C, preferentemente entre 80°C y 110°C, y más preferentemente entre 90°C y 100°C.

En este contexto, un aceite y una grasa se pueden mezclar con el componente de fase oleosa, según sea necesario. En este caso, el componente de fase oleosa se puede preparar mezclando un aceite y una grasa con el color de caléndula mencionado anteriormente, y mediante el calentamiento y la disolución de esta mezcla.

Entre los aceites y grasas que se pueden utilizar en la presente invención se incluyen aceites y grasas que se pueden utilizar adecuadamente en el ámbito de los productos alimenticios. Entre los ejemplos de dichos aceites y grasas se incluyen aceites vegetales, tales como aceite de soja, aceite de colza, aceite de maíz, aceite de coco y similares; y grasas animales (incluidos aceites y grasas procedentes de alimentos marinos), tales como sebo de vacuno, manteca de cerdo, grasa de ballena, aceite de pescado y similares. Además, cuando se utiliza un aceite y una grasa, también se puede añadir un inhibidor de oxidación soluble en aceite, tal como extracto de tocoferol, dl- α -tocoferol sintético, extracto de especias o similares.

Cuando se utiliza aceite y grasa, no se imponen restricciones particulares a la cantidad añadida; sin embargo, por ejemplo, la cantidad habitualmente añadida está comprendida entre 0,1 y 1.000 partes en peso, preferentemente entre 1 y 500 partes en peso, y más preferentemente entre 5 y 200 partes en peso, por 100 partes en peso del color

de caléndula que se mezcla.

Por otra parte, además del aceite y la grasa mencionados anteriormente, se puede añadir al componente de fase oleosa un ajustador del peso específico como componente opcional. No se imponen restricciones a dichos ajustadores del peso específico; entre los ejemplos de dichos ajustadores se incluyen ésteres de ácido graso de sacarosa que presentan ácidos grasos orgánicos con entre 8 y 22 átomos de carbono (por ejemplo, ácido esteárico, ácido palmítico, ácido mirístico, ácido láurico, ácido cáprico, ácido caprílico, ácido oleico, ácido linólico o similares) como resto de ácido graso, o formas acetiladas de estos ésteres de ácido graso de sacarosa (ésteres acetilados de ácido graso de sacarosa) y SAIB (acetato isobutirato de sacarosa) o similares.

A continuación, el componente de fase oleosa preparado de este modo se somete a (ii) mezclado con un agente emulsionante y un componente de fase acuosa (proceso de mezcla) y (iii) a un tratamiento de emulsión (proceso de emulsión).

(ii) Proceso de mezcla

No se imponen restricciones particulares al agente emulsionante que se utiliza en el proceso de mezcla; se pueden utilizar ampliamente agentes emulsionantes monomoleculares y agentes emulsionantes macromoleculares convencionales y conocidos. Entre los ejemplos de agentes emulsionantes monomoleculares que se pueden utilizar se incluyen diversos tipos de tensioactivos aniónicos y catiónicos, agentes tensioactivos no iónicos, tales como ésteres de ácido graso de glicerol, ésteres de ácido graso de diglicerol, ésteres de ácido graso de sacarosa y similares, y tensioactivos anfóteros, tales como lecitina y similares. Entre los ejemplos de agentes emulsionantes macromoleculares se incluyen gomas vegetales naturales, tales como goma arábiga, goma ghatti, arabinogalactano y similares; hemicelulosa soluble en agua, tal como fibra de soja, fibra de maíz y similares; almidón procesado; dextrina pectina; saponina; lecitina; lecitina tratada con enzima; lecitina descompuesta enzimáticamente y similares. Estos agentes emulsionantes se pueden utilizar solos o en cualquier combinación de dos o más agentes.

No se imponen restricciones particulares a la cantidad de dicho agente emulsionante que se añade; habitualmente, se puede citar como ejemplo un intervalo en el que está contenido el agente emulsionante en una proporción comprendida entre el 0,1% y el 80% en peso, preferentemente entre el 1% y el 50% en peso, y más preferentemente entre el 2% y el 40% en peso, en el 100% en peso de la preparación de color emulsionada final (calculada como emulsión en forma líquida).

Se puede citar el agua como un ejemplo del componente de fase acuosa utilizado; sin embargo, además de agua, la preparación también puede contener polialcoholes. Dado que dichos polialcoholes se mezclan con agua y se utilizan en forma de solución de polialcohol que contiene agua, es deseable que estos polialcoholes sean solubles en agua, de modo que la compatibilidad con el agua sea buena. Entre los ejemplos concretos de polialcoholes que se pueden utilizar se incluyen dioles, tales como el propilenglicol y similares; trioles, tales como el glicerol y similares; y azúcares, tales como maltitol, lactitol, palatinitol, eritritol, sorbitol, manitol y similares. Estos alcoholes se pueden mezclar con agua en cualquier proporción y ser utilizados. Por ejemplo, cuando se añade un polialcohol, la cantidad añadida se puede seleccionar y ajustar apropiadamente dentro de un intervalo comprendido entre 50 y 300 partes en peso, preferentemente entre 100 y 300 partes en peso, por 100 partes en peso de agua. Si es necesario, además, también se pueden mezclar inhibidores de la oxidación con el componente de fase acuosa. En este contexto, como inhibidores de la oxidación mencionado anteriormente se pueden utilizar ampliamente inhibidores de la oxidación utilizados como aditivos alimentarios. Aunque no se imponen restricciones sobre los inhibidores de la oxidación utilizados, entre los ejemplos de compuestos que se pueden utilizar se incluyen ácidos ascórbicos, tal como el ácido L-ascórbico, y sales de los mismos; ácidos eritórbicos, tales como el ácido eritórbico, y sales de los mismos; sales de sulfito, tales como sulfito de sodio, piro-sulfito de potasio y similares; ésteres de ácido ascórbico, tales como palmitato de ascorbilo (ésteres que comprenden ácido ascórbico y ácido palmítico), y similares; y diversos tipos de extractos vegetales, tales como extracto de flor de malvarrosa, extracto de gosipetina, extracto de aceite de regaliz, extracto de caña comestible, extracto de clavo de olor, extracto de manzana descompuesto enzimáticamente, extracto de hinojo con el aceite refinado eliminado, extracto de rábano picante, extracto de salvia, extracto de perejil, extracto de té, extracto de *Houttuynia cordata*, extracto de granos de café crudo, extracto de semilla de girasol, extracto de Pimenta, extracto de pepita de uva, extracto de hoja de arándano, extracto de *Cyathes spinulosa*/Gingko, extracto de pimienta, extracto de balsamina, extracto de arrayán chino, extracto de hoja de eucalipto, extracto de raíz de genciana, extracto de rutina (extracto de hoja completa de judía roja, Sophora u hoja completa de *Fagopyrum esculentum*) y similares; ácido elálgico; ácido clorogénico; rutina tratada con enzimas; productos de descomposición de rutina (quercetina); productos de descomposición enzimática de rutina (isoquercitrina), isoquercitrina tratada con enzimas; extracto de aceite de colza; extracto de aceite de salvado de arroz; productos de descomposición enzimática de salvado de arroz y similares.

No se imponen restricciones particulares a la cantidad del componente de fase acuosa que se mezcla; habitualmente, sin embargo, se puede citar como ejemplo un intervalo comprendido entre el 50% y el 99% en peso, preferentemente entre el 60% y el 95% en peso, y más preferentemente entre el 70% y el 90% en peso, relativos al 100% en peso de la preparación de color emulsionada final.

El proceso de mezclado se puede llevar a cabo mezclando el componente de fase oleosa preparado en el proceso mencionado anteriormente (i) con el agente emulsionante mencionado anteriormente y el componente de fase acuosa. No se imponen restricciones particulares al procedimiento de mezclado; el mismo se puede llevar a cabo por agitación con un agitador convencional. Análogamente, no se imponen restricciones particulares a las condiciones de temperatura durante el mezclado. Habitualmente, esta temperatura se puede seleccionar apropiadamente entre temperaturas comprendidas entre la temperatura ambiente y 60°C, preferentemente entre 20°C y 60°C.

Por otro lado, no se imponen restricciones particulares a la cantidad del componente de fase acuosa que se mezcla; habitualmente, sin embargo, la cantidad del componente de fase oleosa en el 100% en peso de la preparación de color emulsionada final (calculada como emulsión en forma líquida) está comprendida entre el 0,5% y el 50% en peso, preferentemente entre el 1% y el 40% en peso, y más preferentemente entre el 2% y el 35% en peso.

(iii) Proceso de emulsión

A continuación, la mezcla que contiene, por lo menos, un componente de fase oleosa, un agente emulsionante y un componente de fase acuosa, y que se obtiene en el proceso de mezcla (ii) mencionado anteriormente se somete a un proceso de emulsión. En este contexto, no se imponen restricciones particulares al tratamiento de emulsión; el mismo se puede llevar a cabo por procedimientos convencionales. Por ejemplo, la emulsión se puede llevar a cabo agitando y mezclando el componente de fase oleosa, el agente emulsionante y el componente de fase acuosa, y emulsionando esta mezcla con un aparato emulsionante convencionalmente conocido, tal como un molino coloidal, un homogeneizador de alta presión, un microfluidificador, un nanomizador, un mezclador homogeneizador, un mezclador Dispermill, un aparato de emulsión ultrasónica, un aparato de emulsión de películas o similares.

La preparación de color emulsionada obtenida por un tratamiento de emulsión de este tipo tiene forma líquida; sin embargo, esta preparación se puede ajustar a una forma sólida (por ejemplo, forma de polvo, forma granular o similares) sometiendo adicionalmente la preparación a un proceso de secado o a un proceso de secado y granulación. No se imponen restricciones particulares a los procedimientos de secado que se pueden utilizar; por ejemplo, se pueden utilizar, según se desee, procedimientos de secado por pulverización utilizando un secador por pulverización o similar, procedimientos de secado al vacío, procedimientos de liofilización o similares. Análogamente, no se imponen restricciones particulares a los procedimientos de granulación que se pueden utilizar; se pueden utilizar, según se desee, procedimientos de granulación en húmedo que comprenden un tratamiento tal como movimiento de fluido, movimiento de rodadura o pulverización, o procedimientos de pulverización o agitación o similares, o procedimientos de granulación en seco.

Por lo tanto, la preparación de emulsión de color de caléndula de la presente invención puede ser una preparación en forma líquida, una preparación ajustada a una forma en polvo sometiendo adicionalmente esta preparación en forma líquida a un tratamiento de secado, o una preparación ajustada a una forma granular mediante un tratamiento de secado y granulación. Específicamente, en la presente invención, el término "preparación de emulsión de color de caléndula" se refiere globalmente a una preparación de color preparada por un procedimiento que comprende un tratamiento de emulsión; no se imponen restricciones particulares a la configuración final de esta preparación.

Además, la preparación de color emulsionada de la presente invención, particularmente la preparación de color granular emulsionada mencionada anteriormente, se puede preparar mezclando diluyentes, vehículos u otros aditivos como componentes adicionales en el tratamiento de granulación mencionado anteriormente. Dichos diluyentes, vehículos y aditivos pueden incluir una amplia variedad de sustancias de uso general en las preparaciones de color, particularmente en las preparaciones de color emulsionadas, siempre que dichas sustancias no obstaculicen el efecto de la presente invención. Entre los ejemplos de estas sustancias se incluyen sacarosa, glucosa, dextrina, goma arábiga, agua, etanol, propilenglicol, glicerol, jarabe de glucosa y similares.

Incluso en los casos en los que la preparación de emulsión de color de caléndula de la presente invención, preparada tal como se ha descrito anteriormente, tiene una configuración en forma líquida, la propia preparación es muy superior en términos de estabilidad de la emulsión, tal como se muestra en el ejemplo experimental 1 descrito a continuación, de modo que problemas tales como la separación debido a la variación en las partículas emulsionadas o el deterioro de las partículas emulsionadas tienden a no producirse incluso en caso de almacenamiento prolongado. En consecuencia, además, la preparación puede contener de forma estable una gran cantidad de un color de caléndula en una concentración elevada. El contenido de color de caléndula que puede estar contenido en la preparación de color emulsionada (emulsión en forma líquida) de la presente invención está comprendido entre el 0,01% y el 50% en peso, preferentemente entre el 0,05% y el 40% en peso, y más preferentemente entre el 0,1% y el 30% en peso.

En el caso de preparaciones emulsionadas de colores oleosos usuales, si la cantidad del color oleoso que se mezcla en la preparación es mayor del 5% en peso, y especialmente si dicha cantidad es mayor del 10% en peso, tiende a presentarse el problema de la separación debido a la variación en las partículas emulsionadas o el deterioro de las mismas a consecuencia de un almacenamiento prolongado. La preparación de color emulsionada de la presente invención es extremadamente útil por el hecho de que dichos problemas tienden a no producirse, incluso aunque el

color de caléndula se mezcle con la composición en una proporción del 20% en peso o mayor, preferentemente del 15% en peso o mayor, y más preferentemente del 10% en peso o mayor, siendo el 50% en peso un límite superior adecuado.

5 II. Producto coloreado

La preparación de emulsión de color de caléndula de la presente invención se puede utilizar ampliamente para dar color a diferentes tipos de productos, tales como productos alimenticios, fármacos, productos de parafarmacia, productos cosméticos, productos de uso diario, piensos o similares, independientemente de si dichos productos son
10 productos a base de agua o a base de aceite.

Específicamente, la presente invención da a conocer diversos tipos de productos, tales como productos alimenticios, fármacos, productos de parafarmacia, productos cosméticos, productos de uso diario, piensos o similares, a los que se da color utilizando, como colorante, la preparación de emulsión de color de caléndula mencionada anteriormente
15 según la presente invención.

En este contexto, entre los ejemplos de productos cosméticos se incluyen productos cosméticos para la piel (lociones, emulsiones, cremas y similares), lápices de labios, productos cosméticos de protección solar, productos cosméticos de maquillaje y similares; entre los ejemplos de fármacos se incluyen diversos tipos de comprimidos, cápsulas, agentes bebibles, pastillas, gárgaras y similares; entre los ejemplos de productos de parafarmacia se incluyen dentífricos, enjuagues bucales, agentes de prevención de la halitosis y similares; entre los ejemplos de productos de uso diario se incluyen jabones sólidos, jabones líquidos, champús, acondicionadores y similares; y entre los ejemplos de piensos se incluyen alimentos para mascotas, tales como comida para gatos, comida para perros y artículos similares, piensos para peces de acuario o peces de vivero, y similares. Sin embargo, la presente
20 invención no está limitada a estos productos.

Preferentemente, el producto de la presente invención es un producto alimenticio. No se imponen restricciones particulares a dichos productos alimenticios, siempre que sean productos que se puedan colorear con un color de caléndula. Entre los ejemplos de dichos productos alimenticios se incluyen postres helados ("entremets froids"), tales como helados, helados de tipo "ice milk", helados de tipo "lacto-ice", sorbetes ("sherbets"), caramelos helados, pasteles helados ("glace") y similares; bebidas, tales como bebidas lácteas, bebidas de bacterias lácticas, refrescos, bebidas carbonatadas, bebidas de zumos de frutas, bebidas de zumos vegetales, bebidas de hortalizas/frutas, bebidas en polvo, bebidas de gelatina, bebidas alcohólicas, bebidas de café, bebidas de té rojo, bebidas de té verde, bebidas mezcladas, bebidas deportivas, bebidas de complementos y similares; postres, tales como pudines (por ejemplo, flanes, pudines de tipo suflé, pudines de leche, pudines con zumo de frutas y similares), gelatinas, "babaloo", yogur y similares; gomas, tales como gomas de mascar, chicles y similares (chicles en barra y chicles de bola recubiertos de azúcar); chocolatinas, tales como chocolatinas recubiertas (por ejemplo, chocolatinas con recubrimiento de mármol y similares), chocolatinas aromatizadas (por ejemplo, chocolatinas de fresa, chocolatinas de mirtilo, chocolatinas de melón y similares) y similares; caramelos, tales como caramelos duros (incluidos bombones, bolas de mantequilla, mármoles, bolas de caramelo duro, caramelo masticable, "gotas" y similares), caramelos blandos (incluidos caramelos de tipo "toffee", turrónes, caramelos de goma, nubes y similares) y similares; productos de pastelería horneados, tales como galletas duras, galletas dulces, galletas saladas, okaki (galletas de arroz), sembei (galletas de arroz), productos de pastelería en barra (por ejemplo, barras de cereales, barras de turrón y similares), aperitivos de maíz inflado y similares; sopas, tales como consomés, potajes y similares; encurtidos, tales como verduras ligeramente encurtidas; verduras encurtidas en salsa de soja, sal, miso, torta de sake, malta de arroz, pasta de salvado de arroz, vinagre, mostaza, moromi y similares; ciruelas encurtidas (ume-zuke), fukujin-zuke, siba-zuke, jengibre encurtido (shouga-zuke), verduras encurtidas en vinagre de ciruela (umesu-zuke) y similares; salsas, tales como aderezos separados, aderezos sin aceite, ketchup, salsas espesas, salsas normales y similares; confituras, tales como confitura de fresa, confitura de mirtilo, mermelada, confitura de manzana, confitura de albaricoque, jaleas y similares; vinos de frutas, tales como vinos tintos y similares; frutas procesadas, tales como cerezas, albaricoques, manzanas, fresas o melocotones conservados en almíbar, y similares; carnes procesadas, tales como jamón, salchichas, cerdo asado y similares; productos marinos procesados, tales como jamón de pescado, embutidos de pescado, filetes de pescado, kamaboko (pasta de pescado al vapor), chikuwa (pasta de pescado al horno), hanppen (pescado picado y cocido al vapor), satsumaage (bolas de pescado frito), datemaki (rollos de tortilla), beicon de ballena y similares; productos lácteos y productos derivados de aceites y grasas, tales como mantequilla, margarina, queso, nata batida y similares; pasta de tipo tallarín, tales como udon (tallarines de trigo), hiyamugi, somen (tallarines finos), soba (tallarines de alforfón), tallarines chinos, espaguetis, macarrones, bifun (tallarines de arroz), harusame (palitos de confitura de judía), pasta wonton y similares; y otros productos alimenticios procesados, tales como diversos tipos de acompañamientos, pastel de gluten de trigo, denbu y similares. Preferentemente, el producto de la presente invención es un producto alimenticio a base de agua, tal como una bebida, postres helados o similares, y de la forma más preferente es una bebida.
30
35
40
45
50
55
60

La cantidad de preparación de emulsión de color de caléndula según la presente invención que se utiliza en los diversos tipos de objetos que se desea colorear, tales como productos alimenticios, productos cosméticos, fármacos, productos de parafarmacia, productos de uso diario, piensos o similares, varía según el tipo de producto y su finalidad, y del tono de color deseado, por lo que dicha cantidad no puede fijarse en términos concretos; sin
65

embargo, habitualmente la cantidad utilizada se puede seleccionar dentro del intervalo comprendido entre el 0,01% y el 10% en peso por el 100% en peso del producto.

En la presente invención, especialmente cuando se utiliza para la coloración una preparación de color que contiene una concentración elevada de un color de caléndula, una pequeña cantidad de la preparación de color es suficiente; en consecuencia, se obtiene la siguiente ventaja: el producto coloreado que se prepara no sufre ninguna odorización provocada por la preparación de color. Además, si la preparación de emulsión de color de caléndula de la presente invención se utiliza como el colorante de la presente invención, se pueden eliminar significativamente problemas tales como la deposición o precipitación de la materia insoluble, o la formación de un anillo de cuello durante el almacenamiento prolongado o en condiciones estrictas, tales como las condiciones de un tratamiento de esterilización o similares, especialmente cuando se utiliza la preparación de emulsión de color de caléndula de la presente invención en productos a base de agua, por ejemplo, productos alimenticios, tales como bebidas, postres helados o similares; productos cosméticos, tales como lociones, emulsiones o similares; o fármacos o productos de parafarmacia, tales como agentes bebibles, enjuagues bucales en forma líquida, dentífricos líquidos o similares.

III. Procedimiento para preparar una preparación de emulsión de color de caléndula

Además, en el presente documento se describe un procedimiento para preparar la preparación de emulsión de color de caléndula mencionada anteriormente. En términos concretos, el procedimiento se puede llevar a cabo utilizando un color de caléndula de origen natural con un valor de ácido de 10 o menor y un contenido de sustancias insolubles en acetona del 5% en peso o menor cuando se ajusta de tal modo que el valor de color $E^{10\%}_{1\text{cm}}$ es de 2.550 como materia prima, y llevando a cabo (i) un proceso en el que se añaden un aceite y una grasa al color de caléndula, según sea necesario, dicho color de caléndula o la mezcla obtenida anteriormente se calientan y se disuelven para obtener un componente de fase oleosa (proceso de preparación del componente de fase oleosa), (ii) un proceso en el que un agente emulsionante y un componente de fase acuosa se mezclan con este componente de fase oleosa (proceso de mezcla), y (iii) un proceso en el que se emulsiona la mezcla obtenida (proceso de emulsión).

Con respecto al color de caléndula utilizado como materia prima, el procedimiento utilizado para prepararlo y los procesos mencionados anteriormente, es decir, (i) un proceso de preparación del componente de fase oleosa, (ii) un proceso de mezcla y (iii) un proceso de emulsión, la descripción detallada expuesta en la anterior sección I ("Preparación de emulsión de color de caléndula y color de caléndula utilizado en la preparación de la misma") también se pueden aplicar en este caso.

IV. Procedimiento para estabilizar la emulsión de la preparación de emulsión de color de caléndula

La presente invención da a conocer un procedimiento para estabilizar la emulsión de la preparación de emulsión de color de caléndula mencionada anteriormente.

La estabilización de la emulsión de la preparación de emulsión de color de caléndula mencionada anteriormente se puede llevar a cabo mediante la preparación de la preparación de color emulsionada utilizando un color de caléndula de origen natural con un valor de ácido de 10 o menor y un contenido de sustancias insolubles en acetona del 5% en peso o menor cuando se ajusta de tal modo que el valor de color $E^{10\%}_{1\text{cm}}$ es 2.550 como color de materia prima. En términos concretos, este procedimiento se puede llevar a cabo utilizando el color de caléndula mencionado anteriormente como materia prima de color, y llevando a cabo (i) un proceso en el que se añaden un aceite y una grasa al color de caléndula, según sea necesario, el color de caléndula o la mezcla obtenida se calientan y se disuelven para obtener un componente de fase oleosa (proceso de preparación del componente de fase oleosa), (ii) un proceso en el que un agente emulsionante y un componente de fase acuosa se mezclan con este componente de fase oleosa (proceso de mezcla), y (iii) un proceso en el que se emulsiona la mezcla obtenida (proceso de emulsión).

También en este caso, con respecto al color de caléndula utilizado como materia prima, el procedimiento utilizado para prepararlo y los procesos mencionados anteriormente ((i) proceso de preparación del componente de fase oleosa, (ii) proceso de mezcla y (iii) proceso de emulsión), la descripción detallada expuesta en la anterior sección I ("Preparación de emulsión de color de caléndula y color de caléndula utilizado en la preparación de la misma") se puede aplicar "tal cual".

V. Procedimiento para suprimir la formación de anillos de cuello o la deposición de materia insoluble en productos coloreados a base de agua

Además, en el presente documento se describe un procedimiento para suprimir la formación de anillos de cuello o la deposición de materia insoluble a causa del deterioro de las partículas emulsionadas de la preparación emulsionada, que se produce cuando se colorean productos a base de agua utilizando la preparación de emulsión de color de caléndula.

Este procedimiento se puede llevar a cabo utilizando la preparación de emulsión de color de caléndula mencionada anteriormente según la presente invención como preparación de emulsión de color de caléndula.

En términos concretos, este procedimiento se puede llevar a cabo mediante la coloración de un producto a base de agua utilizando una preparación de emulsión de color de caléndula preparada por emulsión de un color de caléndula de origen natural con un valor de ácido de 10 o menor y un contenido de sustancias insolubles en acetona del 5% en peso o menor cuando se ajusta de tal modo que el valor de color $E_{1\text{cm}}^{10\%}$ es de 2.550. Además, la coloración se puede llevar a cabo utilizando la preparación de emulsión de color de caléndula mencionada anteriormente según la presente invención como una de las materias primas del producto a base de agua. La operación concreta se puede llevar a cabo utilizando procedimientos convencionales, de acuerdo con el tipo de producto que se pretende colorear.

En el presente contexto, no se imponen restricciones particulares al producto a base de agua coloreado que constituye el objeto de la presente invención. Como ejemplos, pueden citarse indistintamente productos a base de agua pertenecientes a las categorías de productos alimenticios, fármacos, productos de parafarmacia, productos cosméticos, productos de uso diario, piensos o similares. En términos concretos, pueden citarse como ejemplos productos a base de agua, por ejemplo, productos alimenticios tales como bebidas, postres helados y similares; productos cosméticos, tales como lociones, emulsiones y similares; y fármacos o productos de parafarmacia, tales como agentes bebibles, enjuagues bucales en forma líquida, dentífricos líquidos y similares. En este contexto, además, con respecto a los tipos y proporciones utilizados de preparación de emulsión de color de caléndula que se utiliza como colorante, la descripción detallada expuesta en la anterior sección I ("Preparación de emulsión de color de caléndula y color de caléndula utilizado en la preparación de la misma") se puede aplicar "tal cual".

Ejemplos

A continuación, se describirán ejemplos y ejemplos comparativos a fin de clarificar adicionalmente la constitución y los efectos de la presente invención. Sin embargo, la presente invención no se ve afectada por estos ejemplos o similares. Además, en cuanto a las unidades de las composiciones descritas a continuación, todas las partes son partes en peso, a menos que se indique explícitamente lo contrario.

Ejemplo 1. Preparación de color de caléndula

Los pétalos de la flor de la planta de caléndula se secaron y se extrajeron con n-hexano, y del extracto obtenido de este modo se eliminó el n-hexano por destilación, de tal modo que se obtuvo un extracto de caléndula. A 100 partes de este extracto (valor de color = 2.500), se añadieron 100 partes de etanol al 95% en volumen y la mezcla se mezcló durante 30 minutos a 60°C. A continuación, la mezcla se dejó reposar durante 1 hora a la misma temperatura. Posteriormente, se eliminó el sobrenadante y se recuperó el precipitado. A este precipitado se le añadieron 200 partes de acetona y se mezcló hasta que se disolvió el precipitado. A continuación, esta solución se enfrió a 5°C y se le añadió un material de filtrado para filtrar la materia insoluble mediante un papel de filtro (tela de filtro).

A continuación, la acetona se eliminó por destilación del filtrado obtenido, con lo que se obtuvieron 30 partes de un color de caléndula. El valor de color de este color fue de 6.500; cuando este valor de color se ajustó a 2.550, el valor de ácido fue de 0,5 y el contenido de sustancias insolubles en acetona fue de 0,4.

Ejemplo 2. Preparación de emulsión de color de caléndula (n.º 1)

Se mezclaron cinco partes del color de caléndula de origen natural preparado por el procedimiento descrito en el ejemplo 1, 0,2 partes de extracto de tocoferol, 5 partes de aceite de coco y 9,7 partes de SAIB (acetato isobutirato de sacarosa), y esta mezcla se calentó y disolvió a 100°C, obteniéndose un componente de fase oleosa. Mientras tanto, se mezclaron y disolvieron 20 partes de goma arábiga, 0,1 partes de ácido L-ascórbico y 10 partes de propilenglicol en 50 partes de agua, obteniéndose un componente de fase acuosa. El componente de fase oleosa mencionado anteriormente se mezcló con este componente de fase acuosa y la mezcla se emulsionó a una presión de 450 kg/cm² utilizando un homogeneizador de alta presión, con lo que se obtuvo una preparación de emulsión de color de caléndula en forma líquida (emulsión en forma líquida).

Ejemplo 3. Preparación de emulsión de color de caléndula (n.º 2)

Se mezclaron quince partes del color de caléndula preparado por el procedimiento descrito en el ejemplo 1, 0,5 partes de extracto de tocoferol y 14,5 partes de aceite vegetal comestible, y esta mezcla se calentó y disolvió a 100°C, obteniéndose un componente de fase oleosa. Mientras tanto, se mezclaron y disolvieron 45 partes de dextrina y 5 partes de ácido L-ascórbico en 150 partes de agua, obteniéndose un componente de fase acuosa. El componente de fase oleosa mencionado anteriormente se mezcló con este componente de fase acuosa y la mezcla se emulsionó utilizando un mezclador Dispermill (caudal de 200 kg/h). A continuación, la emulsión resultante se secó por pulverización mediante un secador de pulverización, obteniéndose una preparación de emulsión de color de caléndula en polvo (polvo).

Ejemplo comparativo 1

5 Se preparó una preparación de emulsión de color de caléndula en forma líquida (emulsión en forma líquida) del mismo modo que en el ejemplo 1, excepto porque se utilizó un color de caléndula que tenía un valor de ácido de 20 y un contenido de sustancias insolubles en acetona del 9,8% en peso cuando se ajustó de tal modo que el valor de color $E^{10\%}_{1\text{cm}}$ era de 2.550 (producto comparativo 1).

Ejemplo comparativo 2

10 Se preparó una preparación de emulsión de color de caléndula en forma líquida (emulsión en forma líquida) del mismo modo que en el ejemplo 1, excepto porque se utilizó un color de caléndula que tenía un valor de ácido de 16,5 y un contenido de sustancias insolubles en acetona del 3,5% en peso cuando se ajustó de tal modo que el valor de color $E^{10\%}_{1\text{cm}}$ era de 2.550 (producto comparativo 2).

Ejemplo comparativo 3

15 Se preparó una preparación de emulsión de color de caléndula en forma líquida (emulsión en forma líquida) del mismo modo que en el ejemplo 1, excepto porque se utilizó un color de caléndula que tenía un valor de ácido de 3,7 y un contenido de sustancias insolubles en acetona del 14,5% en peso cuando se ajustó de tal modo que el valor de color $E^{10\%}_{1\text{cm}}$ era de 2.550 (producto comparativo 3).

Ejemplo experimental 1. Estabilidad de almacenamiento (estabilidad de la emulsión) de la preparación de emulsión de color

25 La preparación de color (producto 1 de la presente invención), preparada en el ejemplo 2 mencionado anteriormente, y los productos comparativos 1, 2 y 3, preparados en los ejemplos comparativos 1, 2 y 3, se almacenaron durante 2 horas a 60°C inmediatamente después de la emulsión, y el estado de las partículas emulsionadas y la distribución de los tamaños de partícula antes y después del almacenamiento se evaluaron por observación microscópica. Los resultados se muestran en la tabla 1. La medición de la distribución del tamaño de partícula se realizó utilizando el
30 analizador por difracción de láser Laser Diffraction Particle Size Analyzer SALD-1100, fabricado por SHIMADZU CORPORATION.

<Tabla 1>

	Almacenamiento a 60°C	Distribución de tamaños de partícula			Observación microscópica
		Distribución mediana	Intervalo de tamaños de partícula	Proporción de partículas con un tamaño de 1,3 µm o mayor	Estado de las partículas emulsionadas
Producto 1 de la presente invención	Antes	0,52	0,3-1,3	0%	Uniforme
	Después	0,52	0,3-1,3	0%	Uniforme
Producto comparativo 1	Antes	0,70	0,3-3,7	20,8%	Se observa variación
	Después	1,07	0,3-3,7	39,6%	Deterioro de las partículas, variación considerable
Producto comparativo 2	Antes	0,60	0,3-2,6	12,9%	Se observa variación
	Después	0,80	0,3-3,7	25,4%	Variación considerable
Producto comparativo 3	Antes	0,77	0,3-3,7	25,6%	Se observa variación
	Después	0,92	0,3-3,7	33,7%	Variación considerable

35 A partir de estos resultados, se observa que la preparación de emulsión de color de caléndula de la presente invención (producto 1 de la presente invención) presentaba partículas emulsionadas uniformes inmediatamente después de la emulsión y que no se observó ningún cambio en las partículas ni siquiera después de almacenar la preparación durante 2 horas a 60°C. En cambio, todos los ejemplos comparativos mostraron variación en las
40 partículas emulsionadas desde el momento inmediatamente posterior a la emulsión. En particular, las muestras en las que el valor de ácido fue mayor de 10 y el contenido de sustancias insolubles en acetona fue mayor del 5% en

5 peso mostraron el peor estado. Además, las muestras en las que o bien el valor de ácido fue mayor de 10 o bien el contenido de sustancias insolubles en acetona fue mayor del 5% en peso mostraron una estabilidad baja. Tras el almacenamiento durante 2 horas a 60°C, la variación también aumentó a consecuencia del deterioro de las partículas emulsionadas. Estos resultados confirmaron que la preparación de emulsión de color de caléndula de la presente invención es superior en términos de estabilidad de la emulsión y que esta preparación no muestra ningún cambio en el estado emulsionado, ni siquiera en caso de almacenamiento prolongado.

Ejemplo experimental 2

10 Ciento treinta partes de un jarabe de maíz con alto contenido de fructosa y 2 partes de ácido cítrico se disolvieron en 120 partes de agua, y a la solución obtenida se añadió 1 parte del producto 1 de la presente invención o del producto comparativo 1 como preparación de emulsión de color de caléndula. A continuación, la cantidad total de la solución se ajustó a 1.000 partes con agua pura. Se burbujeó dióxido de carbono gaseoso en la solución y se mezcló; luego se llenaron botellas con este producto y se esterilizaron durante 20 minutos a 85°C, obteniéndose una
 15 bebida carbonatada. Esta bebida se dejó reposar durante 1 mes a 25°C y a continuación se observó el estado de la bebida. Se observó que la bebida comparativa, preparada utilizando el producto comparativo 1 como preparación de emulsión de color de caléndula, mostraba la formación de anillos de cuello y la deposición (precipitación) de materia insoluble cuando se dejaba reposar durante 1 mes, por lo que este producto no tiene valor comercial. En cambio, la bebida de la presente invención, preparada con el producto 1 de la presente invención, no mostró ninguna formación
 20 de anillos de cuello ni deposición (precipitación) de materia insoluble, ni siquiera tras permanecer en reposo durante 1 mes, por lo que era superior en términos de estabilidad de almacenamiento.

Ejemplo de preparación 1. Gelatina de piña	
1. Azúcar	8,0 (kg)
2. Jarabe de glucosa en polvo	10,0
3. Espesante polisacárido	1,0
4. Zumo de piña	2,0
5. Ácido cítrico	0,2
6. Ácido L-ascórbico	0,02
7. Aroma de piña	0,15
8. Preparación de color de caléndula (ejemplo 2)	0,04
9. Agua	resto
Total	100,00 (kg)

25 Mientras se agitaba el agua, se añadió una mezcla en polvo comprendida por los componentes 1, 2 y 3, y esta mezcla se calentó y se disolvió durante 10 minutos a 80°C. Se añadieron los componentes 4 a 8 y se agitó la mezcla resultante. Se llenó un recipiente con esta mezcla y se llevó a cabo una esterilización durante 30 minutos a 85°C. A continuación, la mezcla se enfrió y se obtuvo una gelatina de piña. La gelatina de piña obtenida no mostraba ningún olor desagradable procedente de la preparación de color emulsionada y mostró un tono de color estable durante un
 30 período prolongado, sin observarse ninguna decoloración.

Ejemplo de preparación 2. Bizcocho "pound cake"	
1. Harina floja	120 (kg)
2. Azúcar	100
3. Mantequilla sin sal	100
4. Huevos enteros	100
5. Ron blanco (ron)	10
6. Zumo de limón	2
7. Preparación de color de caléndula (ejemplo 2)	0,4
8. Aroma de limón	0,4
Total	432,8 (kg)

35 Se obtuvo una crema del componente 3 con un sifón. Se añadieron los componentes 2 y 4 y se mezclaron con el componente 3; a continuación, se añadió el componente 1 y se mezcló. A continuación, se añadieron los componentes 5 a 8 y se mezcló uniformemente. Esta mezcla se vertió en moldes de bizcocho y se horneó durante 50 minutos a 160°C. El bizcocho obtenido no mostró ningún deterioro particular del color a causa del calentamiento y mostró un tono de color estable.

Ejemplo de preparación 3. Caramelo duro	
1. Azúcar	60 (kg)
2. Jarabe de glucosa	40
3. Agua	20
4. Ácido cítrico	0,4
5. Ácido L-ascórbico	0,01

6. Preparación de color de caléndula (ejemplo 2)	0,02
7. Aroma de piña	0,15
Peso tras la preparación:	100,00 (kg)

5 Los componentes 1 a 3 se mezclaron, se calentaron a 155°C y se disolvieron. La mezcla se enfrió a 125°C; a continuación, se añadieron y se mezclaron los componentes 4 a 7 y la mezcla se dispuso en un molde para obtener un caramelo duro. El caramelo duro obtenido no presentaba ningún olor desagradable y el tono de color mostró una estabilidad duradera.

Ejemplo de preparación 4. Sorbete de limón	
1. Azúcar	19 (kg)
2. Jarabe de glucosa en polvo	3,5
3. Ácido cítrico	0,25
4. Zumo de limón	5
5. Preparación de color de caléndula (ejemplo 2)	0,08
6. Aroma de limón	0,15
7. Agua	resto
Total	100,00 (kg)

10 Los componentes 1 y 2 se mezclaron en forma de polvo; a continuación, se añadió agua y se llevó a cabo una esterilización durante 10 minutos a 85°C. La mezcla se enfrió a 5°C y se dejó madurar. Se añadieron y mezclaron los componentes 3 a 6 y se llevó a cabo una congelación con un esponjamiento del 40%, obteniéndose un sorbete de limón. El sorbete obtenido mantuvo un tono de color estable durante un período prolongado.

Ejemplo de preparación 5. Caramelo de goma de plátano	
1. Gelatina	8 (kg)
2. Agua	16
3. Azúcar	25
4. Jarabe de glucosa	40
5. Sorbitol	20
6. Agua	9
7. Ácido cítrico	0,7
8. Ácido L-ascórbico	0,05
9. Preparación de color de caléndula (ejemplo 2)	0,12
10. Zumo de plátano	1
11. Aroma de plátano	0,1
Total	100,0 (kg)

15 El componente 1 se empapó completamente con agua (componente 2) y a continuación se calentó y se disolvió. Los componentes 3 a 6 se redujeron hasta un grado Brix de 85; se añadió gelatina a esta mezcla, y los componentes 7 a 11 se añadieron en este orden. La solución se enfrió a aproximadamente 80°C; se dejó que las burbujas subieran a la superficie y se eliminaron. Se llenó con esta mezcla un molde de almidón y la mezcla se secó, obteniéndose un caramelo de goma. El caramelo de goma obtenido fue capaz de mantener un tono de color estable durante un período prolongado y no mostró ningún olor desagradable procedente del color.

Ejemplo de preparación 6. Bebida de limón	
1. Jarabe de maíz con alto contenido de fructuosa	13,3 (kg)
2. Vitamina C	0,1
3. Ácido cítrico	0,2
4. Preparación de color de caléndula (ejemplo 2)	0,1
6. Aroma de limón	0,1
7. Agua	remainder
Total	100,00 (kg)

25 Se mezclaron los componentes 1 a 6 y se añadió agua para producir una preparación de bebida líquida. Se llenaron botellas con esta preparación y se llevó a cabo una esterilización durante 10 minutos a 85°C. A continuación, este producto se enfrió a 5°C y se dejó reposar. Incluso después de haberse enfriado y de dejarse en reposo, la bebida no mostró ninguna deposición de materia insoluble, ni formación de anillos de cuello ni similares. Además, ni siquiera cuando se dejó reposar la bebida a temperatura ambiente se detectó ningún olor desagradable y la bebida mantuvo un tono de color estable durante un período prolongado.

30 **Aplicabilidad industrial**

La preparación de emulsión de color de caléndula de la presente invención es en sí misma superior en términos de

5 estabilidad de la emulsión y, por lo tanto, se puede ofrecer como una preparación que contiene de manera estable una cantidad mayor de un color de caléndula. Específicamente, la presente invención hace posible proporcionar una preparación de color que contiene un color de caléndula preparado de una materia prima natural en una concentración elevada. En consecuencia, la cantidad utilizada para proporcionar color puede disminuir, por lo que se pueden eliminar los problemas de olor o sabor que tienen su origen en el agente de base o similar de la preparación de color.

10 Además, la preparación de emulsión de color de caléndula de la presente invención es una preparación superior en términos de estabilidad, que no muestra problemas como la deposición de materia insoluble o la formación de anillos de cuello ni siquiera cuando se aplica a productos a base de agua, tales como bebidas o similares. En consecuencia, se pueden proporcionar productos preparados mediante la mezcla de esta preparación de color como productos con una estabilidad superior, que no muestran problemas como la deposición de materia insoluble o la formación de anillos de cuello ni siquiera tras un almacenamiento prolongado o tratamientos de esterilización.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Color de caléndula preparado a partir de una materia prima natural, que presenta un valor de ácido de 10 o inferior y un contenido de sustancias insolubles en acetona de 5% en peso o inferior,
- en el que el valor de ácido se refiere al número de miligramos de hidróxido de potasio necesario para neutralizar los ácidos grasos libres contenidos en 1 g del color de caléndula ajustado de manera que el valor de color $E_{1\text{cm}}^{10\%}$ es de 2.550 y el contenido de sustancias insolubles en acetona se calcula utilizando el procedimiento siguiente:
- 10 (1) a partir de una muestra de color, se toma una muestra de aproximadamente 3 g y se pesa (cantidad de muestra); a continuación, se añaden 50 ml de acetona a esta muestra y se disuelven, y la muestra se enfría a 5°C;
- 15 (2) esta muestra se centrifuga durante 10 minutos a 1.000 x g, y se elimina el sobrenadante; al precipitado se le añaden de nuevo 50 ml de acetona y esta mezcla se centrifuga; a continuación, el sobrenadante se elimina y el precipitado se recupera (tratamiento con acetona, 5°C);
- 20 (3) el tratamiento con acetona mencionado anteriormente (5°C) se repite hasta que casi no existe color en el precipitado;
- (4) la acetona se elimina mediante un evaporador a partir del precipitado recuperado por el tratamiento con acetona y se mide el peso del precipitado obtenido (peso de precipitado tratado con acetona);
- 25 (5) el contenido (% en peso) de sustancias insolubles en acetona contenidas en 100% en peso de la muestra de color se determina utilizando la ecuación siguiente:
- $$\text{contenido de sustancias insolubles en acetona (\% en peso)} = [\text{peso de precipitado tratado con acetona (g)}/\text{cantidad de muestra (g)}] \times 100$$
- 30 2. Preparación de emulsión de color de caléndula, que se obtiene emulsionando el color de caléndula según la reivindicación 1.
- 35 3. Preparación de emulsión de color de caléndula según la reivindicación 2, que se prepara mediante un procedimiento que comprende los procesos siguientes:
- (i) un proceso en el que, si es necesario se mezclan un aceite y una grasa con el color de caléndula, el color de caléndula o la mezcla obtenida anteriormente se calienta y se disuelve de manera que se prepara un componente de fase oleosa,
- 40 (ii) un proceso en el que un agente emulsionante y un componente de fase acuosa se mezclan con el componente de fase oleosa obtenido en el proceso mencionado anteriormente (i), y
- (iii) un proceso en el que se emulsiona la mezcla obtenida en el proceso mencionado anteriormente (ii).
- 45 4. Preparación de emulsión de color de caléndula según la reivindicación 3, que se prepara realizando además un proceso (iv) en el que el producto emulsionado obtenido en el proceso mencionado anteriormente (iii) se seca, o un proceso en el que este producto se seca y se granula.
- 50 5. Preparación de emulsión de color de caléndula según la reivindicación 2, que es una preparación de color que presenta una forma líquida, una forma de polvo o una configuración granular.
- 55 6. Preparación de emulsión de color de caléndula según la reivindicación 2, que contiene un color de caléndula en una proporción de 0,01 a 50% en peso por 100% en peso de la preparación de emulsión de color de caléndula.
- 60 7. Producto seleccionado de entre productos alimenticios, fármacos, productos de parafarmacia, productos cosméticos, productos para uso diario y piensos que es coloreado utilizando la preparación de emulsión de color de caléndula según la reivindicación 2.
8. Producto según la reivindicación 7, que es un producto alimenticio.
9. Procedimiento para estabilizar el emulsionamiento de una preparación de emulsión de color de caléndula en forma líquida, que comprende utilizar el color de caléndula según la reivindicación 1 como un color de caléndula de materia prima que está emulsionado.
- 65 10. Procedimiento para estabilizar el emulsionamiento de una preparación de emulsión de color de caléndula según la reivindicación 9, en el que el color de caléndula como un color de caléndula de materia prima que está

emulsionado se obtiene tratando un extracto de caléndula mediante por lo menos por un procedimiento seleccionado de entre los procedimientos siguientes:

- 5 (1) un procedimiento en el que se lleva a cabo una extracción utilizando un aceite y una grasa o un disolvente orgánico,
- (2) un procedimiento en el que se lleva a cabo una hidrólisis utilizando un álcali y la materia residual se elimina mediante enjuague con agua,
- 10 (3) un procedimiento en el que se añade un ácido o agua y se calienta, y las sustancias gomosas y las proteínas se eliminan por centrifugación,
- (4) un procedimiento en el que se añade un monoalcohol inferior y se lleva a cabo una alcoholólisis para producir un éster de alquilo inferior de ácido graso que contiene color de caléndula, y en el que la materia residual se elimina a continuación mediante enjuague con agua,
- 15 (5) un procedimiento en el que se lleva a cabo un lavado con un disolvente hidrófilo, el color de caléndula así obtenido se disuelve en acetona fría y la materia residual se elimina por deposición,
- 20 (6) un procedimiento en el que se lleva a cabo una purificación utilizando un aparato de destilación molecular, y
- (7) un procedimiento en el que se lleva a cabo una extracción mediante un fluido supercrítico utilizando dióxido de carbono.
- 25 11. Procedimiento para estabilizar el emulsión de una preparación de emulsión de color de caléndula según la reivindicación 9, en el que la preparación de emulsión de color de caléndula se prepara mediante un procedimiento que comprende los procesos siguientes:
- 30 (i) un proceso en el que, si es necesario se mezclan un aceite y una grasa con el color de caléndula, el color de caléndula o la mezcla obtenida anteriormente se calienta y se disuelve de manera que se prepara un componente de fase oleosa,
- (ii) un proceso en el que un agente emulsionante y un componente de fase acuosa se mezclan con el componente de fase oleosa obtenido en el proceso (i), y
- 35 (iii) un proceso en el que se emulsiona la mezcla obtenida en el proceso (ii).

12. Color de caléndula según la reivindicación 1, en el que el valor de ácido es de 0,1 a 10 y el contenido de sustancias insolubles en acetona es de 0,1 a 5% en peso.