(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 627 021**

(51) Int. Cl.:

A23L 2/58 (2006.01)
A23L 5/44 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.08.2013** **PCT/IL2013/000066**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **06.03.2014** **WO14033703**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.08.2013** **E 13780414 (2)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.04.2017** **EP 2887823**

(54) Título: **Formulaciones de caroteno de color controlado**

(30) Prioridad:

26.08.2012 US 201261693291 P

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
26.07.2017

(73) Titular/es:

LYCORED LTD. (100.0%)
P.O. Box 320
84102 Beer Sheva, IL

(72) Inventor/es:

ZACH, EHUD;
BRAGHINSKY, BELA;
SEDLOV, TANYA y
ZELKHA, MORRIS

(74) Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 627 021 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

Formulaciones de caroteno de color controlado

Campo de la invención

La presente invención se refiere a formulaciones dispersables en agua que comprenden carotenoides, en particular β-caroteno, y al uso de dichas formulaciones para colorear productos de alimentos y bebidas.

Antecedentes de la invención

Los carotenoides son bien conocidos como agentes colorantes de alimentos y tienen tonalidades que varían entre amarillo y rojo. La tonalidad del β-caroteno, un carotenoide que es ampliamente utilizado como colorante, está normalmente entre amarillo y naranja.

Un factor que determina la tonalidad de un medio que contiene β-caroteno es el estado físico del β-caroteno en su fase portadora oleosa o acuosa. Por tanto, la tonalidad de dicho medio puede variar enormemente, dependiendo de la compartimentación física del β -caroteno en la fase continua del medio en el que está presente.

Los carotenoides, como clase, tienen una estabilidad química relativamente baja y esto causa un problema doble cuando se utilizan en el procesamiento de alimentos: la dificultad para lograr una cierta tonalidad deseada y la dificultad para reproducir estos resultados.

Otro problema importante encontrado cuando se usan carotenoides como agentes colorantes en la industria alimentaria es que, una vez que se alcanza una tonalidad deseada, dicha tonalidad puede cambiar a menudo cuando se procesa el carotenoide o el alimento coloreado con carotenoides, por ejemplo, mediante pasteurización.

En el estado de la técnica se han sugerido varias estrategias para tratar estos problemas.

En el documento US 5.364.563 se divulga un nuevo procedimiento para producir preparaciones de carotenoides en polvo, en el que una suspensión de un carotenoide en un aceite de alto punto de ebullición se pone en contacto con vapor sobrecalentado durante un periodo máximo de 30 segundos y emulsiona posteriormente la solución licuada de dicho carotenoide en aceite producido por dicho contacto con vapor sobrecalentado en una solución acuosa de un coloide y, después, pulverizar y secar dicha emulsión a un polvo.

En el documento US 4.844.934 se divulga que las formulaciones de carotenoides dispersables en agua se preparan disolviendo el carotenoide en un aceite portador a temperaturas elevadas hasta que se alcanza la saturación, emulsionando rápidamente la solución con un coloide protector acuoso y, después, eliminando el agua mediante un proceso en el que se usa el coloide protector es una mezcla de un éster de un ácido graso de cadena larga con ácido ascórbico y un producto de almidón que es soluble en agua fría. El producto se puede utilizar para colorear alimentos y es estable en el descremado.

En el documento US 5.968.251 se divulga que las preparaciones de carotenoides en forma de polvos dispersables en agua fría se producen a) preparando una solución dispersante molecular de un carotenoide, con o sin un emulsionante y / o un aceite comestible, en un disolvente orgánico volátil miscible en agua a temperatura elevada y añadiendo a la misma una solución acuosa de un coloide protector, tras lo cual el componente disolvente hidrófilo se transfiere a la fase acuosa y la fase hidrófoba del carotenoide se obtiene como una fase nanodispersa, b) calentando el hidrosol resultante a de 40 ºC a 90 ºC, con o sin enfriamiento del hidrosol a de 0 ºC a 30 ºC de antemano, y c) retirando el disolvente y el agua del hidrosol calentado y convirtiéndolo en un polvo seco dispersable en agua.

En el documento US 5.976.575 se divulga un polvo seco que contiene carotenoides producidos mediante trituración de una mezcla de carotenoides y aceite para reducir el tamaño de partícula del carotenoide, emulsionando la mezcla con una mezcla de encapsulación y secando la emulsión. La mezcla de encapsulación incluye un agente de encapsulación de almidón, un azúcar y un antioxidante. El polvo dispersable en agua resultante contiene una alta concentración de carotenoides, pero está protegido contra la oxidación.

Debe observarse que todos los sistemas descritos en las patentes de Estados Unidos mencionadas anteriormente usan aceite como un vehículo o como disolvente para el carotenoide durante el proceso de fabricación. Tal como se indica en el documento US 5.976.575, los carotenoides se suministran a menudo en dispersiones oleosas en vez de en forma cristalina para estabilizarlas.

YUJIE LIU ET AL: "Influence of particle characteristics and E/Z-isomer ratio on the colour of concentrated [beta] -carotene dispersions", INTERNATIONAL JOURNAL OF FOOD SCIENCE AND TECHNOLOGY, vol. 45, n.º 7, 21 de junio de 2010 (2010-06-21), páginas 1450-1456 estudian la influencia de las características de las partículas sobre el color de las dispersiones de beta-caroteno y concluyen que las dispersiones se hacían más claras, más rojas y más amarillas, y el color de las dispersiones se volvía más saturado y cambiaba de naranja-rojo a naranja-amarillo a

medida que disminuía el tamaño de partícula. Se divulgan dispersiones de beta-caroteno sólidas en líquido, con tamaños medios de partículas entre 450 nm y 1500 nm.

Sin embargo, ninguna de estas publicaciones de la técnica anterior que divulgan y enseñan dispersiones oleosas ha proporcionado soluciones a los tres problemas expuestos anteriormente en el presente documento, es decir, conseguir fácilmente una tonalidad deseada, reproducir la tonalidad deseada de un lote a otro y preservar dicho tonalidad cuando el alimento o bebida se somete a regímenes de tratamiento severos, tales como pasteurización.

En vista de la necesidad anterior, sigue siendo necesario un nuevo proceso para preparar una formulación de β-caroteno que supere los problemas mencionados anteriormente.

Es un objetivo de la presente invención proporcionar dicho proceso y formulación.

Un objetivo adicional de la presente invención es proporcionar una formulación que, además de poseer las ventajas mencionadas anteriormente, también permita el uso de concentraciones menores de β-caroteno para cualquier tonalidad dada de que lo que ha sido posible con las formulaciones y procesos de la técnica anterior.

Sumario de la invención

Los presentes inventores han descubierto de manera inesperada que una mezcla de una dispersión líquida en líquido que contiene P-caroteno con una dispersión de sólido en líquido de P-caroteno produjo una formulación de colorante altamente estable. También se descubrió que esta formulación se puede añadir en forma líquida a un producto alimenticio o de bebida, produciendo de este modo un producto cuyas propiedades de color podían predeterminarse mediante el control de la relación de la dispersión de líquido en líquido a la dispersión de sólido en líquido en la formulación de colorante. Además, cuando se comparó con las formulaciones de la técnica anterior, se necesitó significativamente menos β -caroteno para alcanzar un producto que tiene las mismas propiedades de color. Finalmente, inesperadamente se descubrió esta formulación (tanto en forma líquida como en polvo seco) era estable tras la pasteurización sin alteración en la tonalidad u otras propiedades de color.

De este modo, la presente invención se refiere, principalmente, a una formulación de colorante dispersable en agua que comprende una mezcla de (a) una dispersión de sólido en líquido de β-caroteno con (b) una dispersión de líquido en líquido de β-caroteno, en la que el tamaño promedio de partícula en dicha dispersión de sólido en líquido es inferior a aproximadamente 600 nm y en la que el tamaño promedio de la gotita de la dispersión de líquido en líquido es inferior a aproximadamente 200 nm y en la que las partículas sólidas en la formulación de sólido en líquido no están encapsuladas en un hidrocoloide. Debe observarse que en la mayoría de las realizaciones de la formulación de colorante de la presente invención, el β-caroteno (u otro carotenoide, tal como la luteína) está en una forma no encapsulada. Esta falta de encapsulación en materiales hidrocoloides (u otros) tiene importancia funcional para la formulación divulgada en el presente documento, como se explicará más adelante en el presente documento.

En una realización preferida de la formulación divulgada anteriormente, el tamaño promedio de partícula de la dispersión de sólido en lıquido es inferior a 400 nm. En todavía una realización adicional preferida, el tamaño promedio de la gotita de la suspensión de líquido en líquido es inferior a 120 nm.

En otra realización preferida, de este aspecto de la invención, una o ambas de la dispersión de sólido en líquido y la dispersión de líquido en líquido pueden contener luteína o un éster de luteína además de β-caroteno, o en lugar de (es decir, en ausencia de) β-caroteno.

El β-caroteno, la luteína y los ésteres de luteína usados en las formulaciones, métodos y procesos de la presente invención pueden ser cualquier forma cristalina adecuada de los mismos y pueden obtenerse de una fuente natural o pueden producirse sintéticamente.

En una realización preferida, la formulación colorante está en forma de líquido. En otra realización preferida, la formulación colorante está en forma de polvo seco.

En una realización preferida de la formulación colorante, la dispersión de sólido en líquido comprende cristales de carotenoides en un medio acuoso, y en el que dicho medio acuoso puede comprender, opcionalmente, además uno o más tensioactivos.

En una realización preferida de la formulación colorante, la dispersión de líquido en líquido comprende un carotenoide mezclado en un aceite, dispersado en una solución acuosa que comprende uno o más de un éster de azúcar, una saponina, un éster de poliglicerol graso y un poliol.

En otro aspecto, la presente invención proporciona un proceso para preparar una formulación colorante, en la que la tonalidad de dicha formulación puede controlarse, que comprende las etapas de:

a) preparar una dispersión de sólido en líquido de carotenoides en un medio fluido, en la que dicha dispersión

tiene un tamaño promedio de partícula inferior a 600 nm y en la que las partículas de carotenoides no están encapsuladas en un material hidrocoloidal (u otro);
a) preparar una dispersión de líquido en líquido de carotenoides en un medio líquido no miscible, en el que dicha dispersión tiene un tamaño promedio de la gotita inferior a 200 nm;
c) mezclar dicha dispersión de sólido en líquido con dicha dispersión de líquido en líquido;

en la que la tonalidad e dicha dispersión de sólido en líquido es diferente de la tonalidad de dicha dispersión de líquido en líquido; en la que la tonalidad de dicha formulación se controla mediante la alteración de la relación de la dispersión de sólido en líquido y la dispersión de líquido en líquido en la mezcla obtenida en la etapa (c), para obtener la tonalidad deseada; y en la que dicho carotenoide es β-caroteno, luteína o una mezcla de los mismos.

De acuerdo con un aspecto adicional, la presente invención proporciona una formulación de β-caroteno dispersable en agua preparada de acuerdo con dicho proceso.

En otro aspecto, la presente invención se refiere al uso de la formulación de β-caroteno dispersable en agua de acuerdo con la presente invención, como colorante. En una realización preferente de este aspecto, la formulación de β-caroteno obtenida a partir del proceso divulgado anteriormente se puede usar en forma líquida. En otra realización preferida, el agua se puede eliminar de la formulación líquida, produciendo de este modo una forma de polvo seco de dicha formulación. Preferentemente, la formulación de la presente invención se usa para colorear productos alimenticios y / o bebidas. En otras realizaciones, sin embargo, la formulación también puede usarse para colorear otros productos, incluyendo formulaciones farmacéuticas, tales como cápsulas y comprimidos.

En otro aspecto, la presente invención también proporciona un kit para su uso en la preparación de una formulación de β-caroteno dispersable en agua de una tonalidad deseada, que comprende:

a) un recipiente de una dispersión de líquido en líquido de β-caroteno, en el que dicha dispersión tiene un tamaño promedio de la gotita inferior a 200 nm;
a) un recipiente de una dispersión de sólido en líquido de β-caroteno de sólido en líquido, en la que dicha dispersión tiene un tamaño promedio de partícula inferior a 600 nm, en el que el β-caroteno no está encapsulado en un material hidrocoloide.
c) instrucciones para combinar el contenido de los dos recipientes con el fin de obtener una formulación de la tonalidad deseada.

En un aspecto adicional más, la presente invención también se refiere a un producto alimenticio o de bebida que comprende una formulación de β-caroteno dispersable en agua de la presente invención.

Cabe destacar que también se puede obtener el mismo efecto colorante, que tiene las mismas ventajas que se han expuesto anteriormente y que se describen con más detalle más adelante en el presente documento (con respecto a la mezcla de dos dispersiones), si las dos dispersiones diferentes (es decir, la dispersión de líquido en líquido y la dispersión de sólido en líquido) se añaden por separado al alimento o bebida que se va a colorear. Por consiguiente, la presente invención también proporciona un método para colorear un producto alimenticio o bebida, en el que la tonalidad de dicho producto puede controlarse, en el que dicho método comprende las etapas de:

a) proporcionar una dispersión de sólido en líquido de β-caroteno en un medio líquido, en la que dicha dispersión tiene un tamaño promedio de partícula inferior a 600 nm y en la que el β-caroteno está en forma no encapsulada;
b) proporcionar una dispersión de líquido en líquido de β-caroteno en un medio líquido, en el que dicha dispersión tiene un tamaño promedio de la gotita inferior a 200 nm;
c) añadir las dos dispersiones definidas en las etapas (a) y (b) al producto alimenticio o de bebida a colorear;

en el que la adición de las dispersiones en la etapa (c) puede llevarse a cabo y mezclando cada dispersión antes de dicha adición o, como alternativa, mediante la adición de cada dispersión por separado a dicho producto alimenticio o de bebida; y en la que la tonalidad de dicha formulación se controla mediante la alteración de la relación de la dispersión de sólido en líquido y la dispersión de líquido en líquido que se añade al producto alimenticio o de bebida en la etapa (c), para obtener la tonalidad deseada.

Descripción detallada de las formas de realización preferidas

La presente invención proporciona nuevas formulaciones de β-caroteno dispersables en agua que, tal como se explica a continuación en el presente documento, tienen varias ventajas en relación con las formulaciones de la técnica anterior. En particular, el uso de dos dispersiones separadas en la preparación de la formulación permite el control preciso de las propiedades de color y de tonalidad tanto de dicha formulación como del producto final alimenticio o de bebida al que se añade. Además, el uso de una formulación líquida de la presente invención con el fin de preparar un producto alimenticio o de bebida coloreado permite el uso de niveles significativamente más bajos de β-caroteno para lograr la tonalidad deseada, que son necesarios para alcanzar esa tonalidad cuando se usan formulaciones y metodologías de la técnica anterior. A este respecto, sorprendentemente se ha descubierto que la tonalidad y la fuerza de las formulaciones líquidas de la presente invención son, generalmente, mayores en un 30-

300 % cuando se comparan con la misma cantidad de una formulación previa convencional, tal como la formulación de soluble β-caroteno en agua fría (CWS) producida mediante DSM. Finalmente, las propiedades de color (por ejemplo, la tonalidad y la intensidad de color) de la formulación de la presente invención, se use como un líquido o como una preparación seca, son estables cuando los productos a los que se ha añadido dicha formulación se someten a pasteurización y/o a homogeneización. Tanto por separado como juntas, las propiedades mencionadas anteriormente de la presente invención son de gran beneficio para la industria de alimentos y bebidas, ya que permiten la preparación de productos con propiedades de color estables y definidas con precisión, con un coste económico potencialmente menor en vista de la cantidad reducida de carotenoide necesaria para lograr la tonalidad deseada.

De acuerdo con una realización, el uso de la formulación de carotenoide dispersable en agua de la presente invención es como un colorante comestible para su uso en productos alimenticios y en bebidas.

De acuerdo con otra realización, el β-caroteno dispersable en agua de la presente invención puede utilizarse como un colorante farmacéuticamente aceptable en la fabricación de medicamentos.

Como se ha explicado anteriormente en el presente documento, la formulación colorante que contiene β-caroteno de la presente invención se prepara combinando dos componentes diferentes: (1) una dispersión de líquido en líquido de β-caroteno y (2) una dispersión de sólido en líquido que contiene β-caroteno.

La dispersión de líquido en líquido de la presente invención se puede preparar como sigue: el β-caroteno se mezcla en un aceite, tal como un aceite de triglicéridos de cadena media (MCT), aceite de girasol o cualquier otro aceite vegetal y / o con lecitina modificada con enzima, lisolecitina de soja, aceites de girasol o de colza con tocoferoles mixtos o acetato de tocoferilo (TA) o DL-tocoferol. La mezcla obtenida se calienta a continuación a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 140 ºC a 155 ºC, preferentemente a aproximadamente 150 ºC para obtener una solución de β-caroteno en aceite. Dicha solución de aceite se añade a una solución acuosa que contiene un éster de azúcar y/o saponinas y/o ésteres de poliglicerol de ácidos grasos y goma arábiga, goma de Senegal e hidrocoloides estructuralmente similares y sacarosa o glucosa o maltitosa y glicerol y/u otros polioles, que está a una temperatura en el intervalo de 80 °C a 100 °C, preferentemente a aproximadamente 90 ºC. La mezcla homogénea combinada y la solución acuosa se homogeneizan para obtener un líquido que contiene carotenoides estables en dispersión líquida. El tamaño promedio de la gotita de esta dispersión fue inferior a 200 nm.

El sólido en dispersión líquida de la presente invención se puede preparar como sigue: se micronizaron cristales de β-caroteno a un tamaño inferior a 1 micrómetro, preferentemente a 200-400 nm en un medio de glicerol-agua junto con uno o más tensioactivos. El (los) tensioactivo(s) utilizado (s) puede(n) ser de cualquier tipo adecuado, incluyendo, pero no limitándose a, diferentes tipos de ésteres de sacarosa, ésteres de poliglicerol de ácidos grasos y lecitinas desaceitadas de, por ejemplo, soja, girasol, canola o colza.

Los presentes inventores descubrieron que la encapsulación de las partículas de carotenoides (en la dispersión de sólido en líquido) mediante hidrocoloides, tales como almidones, proteínas de la leche, proteínas vegetales y de legumbres, polipéptidos y similares, conduce a una intensidad de color reducida en la formulación del colorante final. Por ejemplo, se descubrió que la encapsulación de β-caroteno mediante almidón modificado y el posterior secado reducía sustancialmente la intensidad de color:

Formulación preparada con β-caroteno no encapsulado:

L= 66,5; a= 25,1; b= 37,5;

Formulación preparada con una fase de sólido en líquido que contiene β-caroteno encapsulado en almidón modificado:

L= 60,2; a= 20,4; b= 30,6;

Como se verá a partir de los resultados anteriores, la encapsulación condujo a una disminución de los parámetros de color 'a' y 'b'. Sin desear quedar ligados a teoría alguna, Se cree que este cambio desventajoso se debe a una reducción en la transparencia de las partículas sólidas, es decir, enmascaramiento por la cápsula de hidrocoloide.

En vista de lo anterior, puede verse que la falta de encapsulación en hidrocoloide de las partículas sólidas en la formulación de sólido en líquido es una característica muy importante de la presente invención.

Otra característica clave de la presente invención son los tamaños muy pequeños de la partícula y la gotita de las dispersiones de sólido en líquido y de líquido en sólido, respectivamente. Esta reducción en el tamaño de la partícula y la gotita (con respecto a las formulaciones de la técnica anterior) conduce a una intensidad de color mucho mayor, permitiendo de este modo un gran ahorro en la cantidad de β-caroteno usado (del orden de 30-300 %). En parte, el tamaño de la gotita muy pequeño alcanzado en la presente invención es una consecuencia de los tensioactivos usados en la preparación de la formulación.

En muchas realizaciones preferidas de la invención, la fase oleosa de la formulación de líquido en líquido está presente a una concentración de más del 30 % (p / p) de dicha formulación.

Aunque los medios para modificar la tonalidad de las formulaciones de carotenoides dispersables en agua de acuerdo con la técnica anterior son mediante procesos químicos, tales como la modificación de la relación de isómeros, la presente invención proporciona medios para modificar la tonalidad simplemente cambiando la relación entre el líquido en la dispersión líquida y el sólido en la dispersión líquida en la mezcla. Además, la presente invención proporciona un proceso para obtener formulaciones de β-caroteno dispersables en agua de un cierto tamaño de partícula mezclado con el líquido en la dispersión líquida de luteína o éster de luteína en el tamaño de partícula recomendado utilizando diversas relaciones para proporcionar las tonalidades requeridas.

De este modo, los métodos, procesos, composiciones y usos de los mismos descritos en el presente documento con referencia a β-caroteno también se aplican a mezclas de dicho β-caroteno con luteína y / o un éster de luteína, y también a luteína y / o éster de luteína solos (Es decir, en lugar del β-caroteno), que, por tanto, están dentro del alcance de la presente invención. Por tanto, un líquido en dispersión líquida de un carotenoide (por ejemplo, β-caroteno) puede mezclarse con un sólido en dispersión líquida de un segundo carotenoide (por ejemplo, luteína), seguido de eliminación de agua, para obtener una formulación de carotenoide dispersable en agua. La tonalidad de una formulación líquida tal, como un polvo puede controlarse mediante la relación entre la dispersión de líquido en líquido y la dispersión de sólido en líquido.

Debe entenderse que durante el procesamiento, tal como la pasteurización, disminuye la intensidad del color de las formulaciones en polvo convencionales (tales como DSM al 10 % de β-caroteno, tales como CWS y CWD), esto no se produce en el caso de la dispersión líquida de líquido en líquido y la dispersión de sólido en formulaciones de combinación de líquido preparadas de acuerdo con la presente invención. Por lo tanto, se puede lograr un gran ahorro en la cantidad de β-caroteno usada (30-300 %) con el uso de la formulación de la presente invención.

Ejemplos

Equipo para pruebas de color:

- *ColorQuest XE, HunterLab, Estados Unidos*
- Cubeta de 1 cm para transmisión y 5 cm para los puertos de reflexión
- Illuminant D65
- Parámetros analizados: Escala de color L*a*b*c y escala de color L*c*h*. La L* es ligereza. El máximo para L* es 100, lo que representa un difusor reflectante perfecto. El valor mínimo para L * es cero, que representa el negro. Los ejes a* y b* no tienen límites numéricos específicos. a* positivo es rojo, verde-negativo. b* positivo es amarillo, negativo - azul. El valor C*, choma, y el valor h, ángulo de la tonalidad, se calculan a partir del a * y b * de la escala de color L * a * b *. La diferencia de color total, ΔE* es un valor único que tiene en cuenta las diferencias entre el L*a*b* de la muestra y el patrón.
- $C^* = \sqrt{a^{*2}+b^{*2}}$; $h^* = \arctan b^*/a^*$;
- Para el análisis de color y la estabilidad del color se usan ΔL *, ΔC*, ΔE* y ΔH*. Son las diferencias entre la muestra y el patrón en L*, C*, E* y h*.

Espectrofotómetro UV Visible (thermosscintific, Evolution 2001)

- Se midió 1 ml de dichas bebidas coloreadas diluidas en una cubeta de 1 cm frente a una referencia de la misma dilución de la misma bebida no coloreada para obtener 0,6-0,8 unidades de absorbancia
- Medir la absorbancia máxima
- Calcular E1 = (Absorción máxima * tasas de dilución) / % concentración de color en la bebida

Ejemplo 1

DISPERSIÓN DE SÓLIDO EN LÍQUIDO:

Se mezclaron a fondo 1 kg de β-caroteno cristalino, 1 kg de monooleato de decaglicerol, 2 kg de éster de azúcar de tipo PS750, 100 g de vitamina C y 20 kg de agua completamente para dar una mezcla homogénea después de la molienda en un molino de bolas. El tamaño de partícula del β-caroteno molido era 0,3-0,6 µm.
Se analizaron los parámetros de color para la solución acuosa de 10 mg de b-caroteno en 1 litro
L*= 56,9 a*= 38,2 b*= 28,5

DISPERSIÓN DE LÍQUIDO EN LÍQUIDO:

Se calentaron 1 kg de β-caroteno cristalino, 1 kg de aceite de triglicéridos de cadena media (MCT), 1 kg de monooleato de decaglicerol y 0,7 kg de D-alfa-tocoferol con agitación constante a 150 ºC hasta que se obtuvo una solución transparente.
Se disolvieron 2 kg de éster de azúcar y 3 kg de goma arábiga en 15 kg de agua caliente (70-80º C).

La solución transparente de β-caroteno se añadió sin enfriamiento a la solución de éster de azúcar-goma arábiga con mezcla enérgica y la mezcla resultante se homogeneizó inmediatamente en un homogeneizador de alta presión. El tamaño promedio de la gotita fue inferior a 500 nm.
Se analizaron los parámetros de color para la solución acuosa de 10 mg de b-caroteno en 1 litro
L*= 72,3 a*= 10,7 b*= 38,5

Ejemplo 2

DISPERSIÓN DE SÓLIDO EN LÍQUIDO:

Se mezclaron a fondo 1 kg de β-caroteno cristalino, 1,5 kg de lecitina de soja desaceitada, 2 kg de éster de azúcar, 100 g de vitamina C y 20 kg de agua, para dar una mezcla homogénea después de la molienda en un molino de bolas. El tamaño de partícula del β-caroteno molido era 0,2-0,6 µm.
Se analizaron los parámetros de color para la solución acuosa de 10 mg de b-caroteno en 1 litro
L*= 43,2 a*= 40,4 b*= 33,5

DISPERSIÓN DE LÍQUIDO EN LÍQUIDO: se calentaron 1 kg de β-carotene cristalino, 2,4 kg de aceite de MCT,1,4 kg de lecitina modificada con enzima y 0,3 kg de mezcla de tocoferol mientras se agitaba constantemente a 150 ºC hasta que se obtuvo una solución transparente.

Se disolvieron 0,6 kg de éster de azúcar en 6 kg de agua caliente (70-80º C), se añadieron 10 kg de sacarosa y 7 kg de glicerol.

A la fase acuosa se añadió una solución transparente de β-caroteno sin enfriamiento usando un mezclador de alta cizalladura y la solución resultante se homogeneizó inmediatamente en un homogeneizador de alta presión. El tamaño promedio de la gotita fue inferior a 200 nm.

Se analizaron los parámetros de color para la solución acuosa de 10 mg de b-caroteno en 1 litro
L*= 83,5 a*= 4,5 b*= 45,8

Ejemplo 3

DISPERSIÓN DE SÓLIDO EN LÍQUIDO:

Se mezclaron a fondo 1 kg de β-caroteno cristalino, 1,5 kg de lecitina de girasol desaceitada, 2 kg de éster de azúcar, 100 g de vitamina C y 20 kg de agua, para dar una mezcla homogénea después de la molienda en un molino de bolas. El tamaño de partícula del β-caroteno molido era 0,2-0,6 µm. Se analizaron los parámetros de color para la solución acuosa de 10 mg de b-caroteno en 1 litro
L*= 45,5 a*= 41,2 b*= 37,5

DISPERSIÓN DE LÍQUIDO EN LÍQUIDO:

Se calentaron 1 kg de β-caroteno cristalino, 2,1 kg de aceite de MCT, 1 kg de lecitina modificada con enzima y 0,3 kg de mezcla de tocoferol mientras se agitaba constantemente a 150 ºC hasta que se obtuvo una solución transparente.

Se mezclaron 1 kg de Q-Naturele 200 (extracto de saponina) en 4 kg de agua caliente (70-80 ºC) y se añadieron 4 kg de sacarosa y 5 kg de glicerol.

A la fase acuosa se añadió una solución transparente de β-caroteno sin enfriamiento usando un mezclador de alta cizalladura y la solución resultante se homogeneizó inmediatamente en un homogeneizador de alta presión. El tamaño promedio de la gotita fue inferior a 200 nm.

Se analizaron los parámetros de color para la solución acuosa de 10 mg de b-caroteno en 1 litro
L*= 82,5 a*= 11,5 b*= 51,2

Ejemplo 4

DISPERSIÓN DE SÓLIDO EN LÍQUIDO:

Se mezclaron a fondo 1 kg de β-caroteno cristalino, 1,5 kg de lecitina de girasol desaceitada, 2 kg de éster de azúcar, 100 g de vitamina C y 20 kg de agua, para dar una mezcla homogénea después de la molienda en un molino de bolas. El tamaño de partícula del β-caroteno molido era 0,2-0,6 µm.

Se analizaron los parámetros de color en una solución de 10 mg de b-caroteno en 1 litro de agua.
L*= 45,5 a*= 41,2 b*= 37,5

DISPERSIÓN DE LÍQUIDO EN LÍQUIDO:

Se calentaron 1 kg de oleorresina de caléndula, 1 kg de aceite MCT y 0,3 kg de mezcla de tocoferol mientras se agitaba constantemente a 150 ºC hasta que se obtuvo una solución transparente.

Se mezclaron 1,1 kg de Q-Naturele 200 (extracto de saponina) en 4,5 kg de agua caliente (70-80 ºC); se añadieron 4,5 kg de sacarosa y 5 kg de glicerol.

A la fase acuosa se añadió una solución transparente de β-caroteno sin enfriamiento usando un mezclador de alta cizalladura y la solución resultante se homogeneizó inmediatamente en un homogeneizador de alta presión. El tamaño promedio de la gotita fue inferior a 200 nm.

Se analizaron los parámetros de color en una solución de 10 mg de beta-caroteno en 1 litro de agua.
L*= 58,8 a*= 8,6 b*= 50,8

Ejemplos de aplicación

Se eligió 5 % de bebida de zumo de naranja como modelo:

a) Se preparó un compuesto que consiste en concentrado de zumo de naranja, jarabe de azúcar, aceite de sabor de naranja y la siguiente formulación de β-caroteno.

a.1) Formulaciones de β-caroteno:

a.1.1) Se usó la forma en polvo convencional de β-caroteno soluble en agua fría (CWS) preparada con almidón como estabilizante (tal como la formulación de β-caroteno al 10 % soluble en agua fría (CWS) producida por DSM) para colorear la bebida acabada con 3, 5 y 10 ppm de β-caroteno.
a.1.2) Se usó la forma líquida de una mezcla de dispersión de β-caroteno de sólido en líquido en combinación elegida (1-99 %) para colorear la bebida acabada con 2, 3, 5 y 10 ppm de β-caroteno.

b) Se homogeneizó el compuesto coloreado en un homogeneizador a presión de dos etapas: primera etapa a 200 bares y segunda etapa a 50 bares.
c) Se preparó jarabe de embotellado, usando el compuesto coloreado homogeneizado, jarabe de azúcar, ácido orgánico, ácido ascórbico (200 ppm en el producto acabado) y pectina añadida como estabilizante.
d) El jarabe de embotellado se diluyó con agua para proporcionar la bebida acabada deseada.
e) La bebida se pasteurizó a 85 ºC en un baño caliente.
f) Las botellas de PET de 500 ml se llenaron y sellaron rápidamente.
g) Las botellas selladas se enfriaron inmediatamente en un baño de hielo a menos de 25 ºC.
h) Las botellas se almacenaron en un armario con luz diurna

i) llevó a cabo una serie de los siguientes análisis

I1) Escala L.a.b por colorímetro (Hunter Lab)
I2) Valor de la tonalidad del color mediante colorímetro (Hunter Lab)
I3) Valor de la intensidad del color mediante colorímetro (Hunter Lab)
I4) Valor de la intensidad del color mediante espectrofotómetro (método E 1:1)

Ejemplo de aplicación 1:

La mezcla de una dispersión de líquido en líquido con una dispersión de sólido en líquido (ambos del Ejemplo 1) a una relación de 60:40 produjo una formulación que dio la misma tonalidad a 10 ppm en comparación con 10 ppm de β-caroteno de 10 % de CWS (obtenido de DSM). Después de la pasteurización de la bebida, la tonalidad del polvo de DSM cambió significativamente, mientras que la mezcla de la dispersión de líquido en líquido y la dispersión de sólido en líquido mantuvieron una tonalidad estable.

Ejemplo de aplicación 2:

Se usó una forma líquida de una mezcla de una dispersión de líquido en líquido de β-caroteno con una dispersión de sólido en líquido de β-caroteno (del ejemplo 2) en una proporción de 60:40 para colorear la bebida acabada con 3, 5 y 10 ppm de β-caroteno.

Zumo de naranja no pasteurizado frente a pasteurizado coloreado con β-caroteno:

Contenido de β caroteno en la bebida	Formulaciones	No pasteurizado	Pasteurizado	No pasteurizado	Pasteurizado	No pasteurizado	Pasteurizado
		L		A		b	
3ppm	Polvo de DSM al 10 % CWS/S	79,40	84,85	12,05	6,85	28,56	33,43
	Dispersiones líquidas mezcladas	82,21	84,07	7,76	5,99	29,43	30,21
5ppm	Polvo de DSM al 10 % CWS/S	72,3	80,01	19,38	11,38	32,42	40,17
	Dispersiones líquidas mezcladas	75,05	76,52	14,86	13,74	32,51	33,52
10ppm	Polvo de DSM al 10 % CWS/S	59,12	70,12	31,83	21,25	33,02	42,54
	Dispersiones líquidas mezcladas	66,20	66,51	24,73	23,08	37,3	37,59

1. Los resultados indican que la intensidad del color (valor L) de la formulación CWS disminuyó significativamente a todos los niveles (valor L incrementado) después de la pasteurización, mientras que la intensidad del color de la mezcla de dispersión líquida no cambió significativamente.

2. Los resultados indican que el tono rojo (valor "a") de la formulación de CWS disminuyó significativamente a todos los niveles (los valores "a" disminuyeron) después de la pasteurización, mientras que el tono rojo de la mezcla de dispersión líquida no cambió significativamente.

3. El resultado indica que el tono amarillo (valor 'b') de la formulación de CWS aumentó significativamente a todos los niveles (valores 'b' aumentados) después de la pasteurización, mientras que el tono amarillo de la mezcla líquida no cambió significativamente.

L.a.b, y el valor de la tonalidad y las mediciones E1: 1 de la bebida de zumo de naranja pasteurizado coloreada con 5 y 10 ppm de β-caroteno del polvo de DSM al 10 % CWS / S frente a la forma líquida de una mezcla 50:50 de una dispersión de líquido en líquido y una dispersión de sólido en líquido:

zumo de naranja al 5 % coloreado con:	**ppm de β-caroteno**	**L**	**a**	**b**	**Tonalidad**	**E 1:1**
DSM al 10 % CWS/S (sintético)	5	82,94	8,46	37,31	77,22	920
Mezcla de dispersiones liquidas naturales		78,48	9,99	32,75	73,04	1272
Mezcla de dispersiones liquidas sintéticas		75,45	13,41	34,25	68,62	1588
DSM al 10 % CWS/S (sintético)	10	74	17,25	41,72	67,54	872
Mezcla de dispersiones liquidas naturales		64,22	22,05	35,23	57,96	1452
Mezcla de dispersiones liquidas sintéticas		63,95	25,66	34,57	53,41	1809

1. Los resultados indican que el valor de la tonalidad del zumo de naranja al 5 % coloreado con 5 ppm de β-caroteno usando la dispersión de líquido en líquido y la mezcla de dispersión de sólido en líquido (natural y sintético) está cerca de la tonalidad del zumo coloreado con 10 ppm de β- caroteno de DSM al 10 % CWS / S (sintético).

2. Los resultados indican que el valor E1:1 del zumo de naranja coloreado con 5 ppm de β-caroteno preparado a partir de una mezcla de dispersión de líquido en líquido y de sólido en líquido (natural y sintética) es 38-72 % mayor que el valor E1:1 del zumo de naranja al 5 % coloreado con la misma cantidad de β- caroteno de DSM al 10 % CWS / S (sintético)

3. Los resultados indican que el valor E1:1 del zumo de naranja coloreado con 10 ppm de β-caroteno preparado a partir de una mezcla de dispersión de líquido en líquido y de sólido en líquido (natural y sintética) es 66-107% mayor que el valor E1:1 del zumo de naranja al 5 % coloreado con la misma cantidad de β- caroteno de DSM al 10 % CWS / S (sintético)

4. Estos resultados indican que la tonalidad y la fuerza del zumo al 5 % coloreado con β-caroteno de una forma líquida de una mezcla de una dispersión de líquido en líquido y una dispersión de sólido en líquido es significativamente mayor que la tonalidad y la resistencia del zumo al 5 % coloreado con β-caroteno de DSM al 10 % CWS / S.

5. Estos resultados confirman la observación organoléptica de la tonalidad y la intensidad del zumo de naranja al 5 % coloreado con una mezcla de dispersión de líquido en líquido y de dispersión de sólido en líquido en comparación con el mismo zumo coloreado con DSM al 10 % CWS / S.

6. Los resultados indican que se puede lograr al menos un ahorro de un 30 % en el coste de β-caroteno mediante el uso de una mezcla de formulación de dispersión líquido en líquido de β-caroteno líquido y dispersión de sólido en líquido, en comparación con el uso de DSM al 10 % CWS / S,.

7. Los resultados indican que la formulación sintética y la formulación natural de la mezcla de formulación de dispersión de líquido en líquido de β-caroteno líquido y de la dispersión de sólido en líquido se comportan igual.

Ejemplo - Preparación de polvo

Polvo dispersable en agua fría

Se mezclaron 300 g de una dispersión de sólido en líquido y 700 g de una dispersión de líquido en líquido y se añadieron 100 g de almidón modificado mientras se agitaba enérgicamente. A continuación, la mezcla se liofilizó inmediatamente para obtener un polvo estable soluble en agua fría. La operación de liofilización se llevó a cabo en un secador por pulverización convencional.

REIVINDICACIONES

1. Una formulación de colorante dispersable en agua que comprende una mezcla de (a) una dispersión de sólido en líquido de uno o más carotenoides con (b) una dispersión de líquido en líquido de uno o más carotenoides, en la que el tamaño promedio de partícula en dicha dispersión de sólido en lıquido es inferior a aproximadamente 600 nm, en la que el tamaño promedio de la gotita de la dispersión de líquido en líquido es inferior a aproximadamente 200 nm, en la que los carotenoides se seleccionan del grupo que consiste en β-caroteno y luteína y en la que las partículas sólidas en la formulación de sólido en líquido no están encapsuladas en un hidrocoloide.

2. La formulación de colorante dispersable en agua de acuerdo con la reivindicación 1, en la que los carotenoides en la dispersión de sólido en líquido no están encapsulados.

3. La formulación de colorante dispersable en agua de acuerdo con la reivindicación 1, en la que la dispersión de sólido en líquido comprende cristales de carotenoides en un medio acuoso y en la que dicho medio acuoso puede comprender, opcionalmente, además uno o más tensioactivos.

4. La formulación de colorante dispersable en agua de acuerdo con la reivindicación 1, en la que la dispersión de líquido en líquido comprende un carotenoide mezclado en un aceite, dispersado en una solución acuosa que comprende uno o más de un éster de azúcar, una saponina, un éster de poliglicerol graso, un hidrocoloide y un poliol.

5. La formulación de colorante dispersable en agua de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el carotenoide es β-caroteno.

6. La formulación de colorante dispersable en agua de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el carotenoide es luteína.

7. La formulación de colorante dispersable en agua de acuerdo con la reivindicación 1, en la que los carotenoides comprenden β-caroteno y luteína.

8. La formulación de acuerdo con la reivindicación 1, en la que dicha formulación está en forma líquida.

9. La formulación de acuerdo con la reivindicación 1, en la que dicha formulación está en forma de polvo seco.

10. Un proceso para preparar una formulación de colorante, en el que la tonalidad de dicha formulación puede controlarse, que comprende las etapas de:

a) preparar una dispersión de sólido en líquido de carotenoides en un medio líquido, en el donde dispersión tiene un tamaño promedio de partícula inferior a 600 nm y en donde las partículas de carotenoide sólidas no están encapsuladas en hidrocoloidales;
b) preparar una dispersión de líquido en líquido de carotenoides en un medio líquido, en donde dicha dispersión tiene un tamaño promedio de la gotita inferior a 200 nm;
c) mezclar dicha dispersión de sólido en líquido con dicha dispersión de líquido en líquido; en donde la tonalidad de dicha formulación se controla mediante la alteración de la relación de la dispersión de sólido en líquido y la dispersión de líquido en líquido en la mezcla obtenida en la etapa (c), con el fin de obtener la tonalidad deseada y en donde dicho carotenoide es β-caroteno, luteína o una mezcla de los mismos.

11. El proceso de acuerdo con la reivindicación 10, en el que el carotenoide es β-caroteno.

12. Una formulación dispersable de β-caroteno de acuerdo con la reivindicación 1 para su uso en la coloración de productos alimenticios o de bebidas.

13. Un kit para su uso en la preparación de una formulación de β-caroteno dispersable en agua de una tonalidad deseada, que comprende:

a) un recipiente de una dispersión de líquido en líquido de β-caroteno, teniendo dicha dispersión un tamaño promedio de la gotita inferior a 200 nm;
a) un recipiente de una dispersión de sólido en líquido de β-caroteno de sólido en líquido, en donde dicha dispersión tiene un tamaño promedio de partícula inferior a 600 nm, en donde el β-caroteno no está encapsulado en un hidrocoloide; e
c) instrucciones para combinar el contenido de dichos dos recipientes con el fin de obtener una formulación de la tonalidad deseada.

14. Un producto alimenticio o una bebida que comprende una formulación de β-caroteno dispersable en agua de acuerdo con la reivindicación 1.

15. Un método para colorear un producto alimenticio o una bebida, en el que la tonalidad de dicho producto puede controlarse, en el que dicho método comprende las etapas de:

a) proporcionar una dispersión de sólido en líquido de β-caroteno en un medio líquido, en donde dicha dispersión tiene un tamaño promedio de partícula inferior a 600 nm y en donde el β-caroteno no está encapsulado en un hidrocoloide;
b) proporcionar una dispersión de líquido en líquido de β-caroteno en un medio líquido, en donde dicha dispersión tiene un tamaño promedio de la gotita inferior a 200 nm;
c) añadir las dos dispersiones definidas en las etapas (a) y (b) al producto alimenticio o a la bebida a colorear;

en el que la adición de las dispersiones en la etapa (c) puede llevarse a cabo mezclando cada dispersión antes de dicha adición o, como alternativa, mediante la adición de cada dispersión por separado a dichos producto alimenticio o bebida; y en donde la tonalidad de dicha formulación se controla mediante la alteración de la relación de la dispersión de sólido en líquido y la dispersión de líquido en líquido que se añaden al producto alimenticio o a la bebida en la etapa (c) para obtener la tonalidad deseada.