

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 628 612**

51 Int. Cl.:

C08L 1/02 (2006.01)

C08L 1/28 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **30.11.2012 PCT/US2012/067244**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.06.2013 WO13085810**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.11.2012 E 12855862 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.03.2017 EP 2787837**

54 Título: **Composición estabilizadora coerosionada**

30 Prioridad:

09.12.2011 US 201161568672 P

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

03.08.2017

73 Titular/es:

**FMC CORPORATION (100.0%)
2929 Walnut Street
Philadelphia, PA 19104, US**

72 Inventor/es:

**TAN, ZHENG;
VENABLES, AARON CHIP;
SESTRICK, MICHAEL;
YARANOSSIAN, NADIA y
ONDOV, JEREMY**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 628 612 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

Composición estabilizadora coerosionada

Campo de la invención

5 La presente invención está dirigida a composiciones estabilizadoras coerosionadas que son adecuadas para uso, por ejemplo, en composiciones alimentarias y farmacéuticas acuosas, su fabricación y uso.

Antecedentes de la invención

10 La celulosa microcristalina, también conocida y mencionada en la presente memoria como "MCC," torta húmeda de celulosa hidrolizada, o gel de celulosa, se usa comúnmente en la industria alimentaria para mejorar las propiedades o atributos de un producto alimenticio final. Por ejemplo, se ha utilizado como aglutinante y estabilizador en aplicaciones alimentarias, incluyendo bebidas, como agente gelificante, espesante, sustituto de grasa y/o relleno no calórico, y como estabilizadora de suspensión y/o texturizador. También se ha utilizado como aglutinante y desintegrante en comprimidos farmacéuticos, como agente de suspensión en formulaciones farmacéuticas líquidas, y como aglutinante, desintegrante y auxiliar de procesamiento en aplicaciones industriales, en productos domésticos tales como pastillas de detergente y/o blanqueador, en formulaciones agrícolas, y en productos de cuidado personal tales como dentífricos y cosméticos.

15 La celulosa microcristalina se modifica para tales usos sometiendo celulosa microcristalina o "torta húmeda" a procesos de erosión para subdividir sustancialmente los cristallitos en partículas finamente divididas. Sin embargo, a medida que se reduce el tamaño de partícula, las partículas individuales tienden a aglomerarse o endurecerse durante el secado, un resultado que es indeseable en la fabricación o uso del producto. Para prevenir el endurecimiento, se puede añadir un coloide protector durante el erosionamiento o después del erosionamiento, pero antes del secado. El coloide protector neutraliza total o parcialmente el hidrógeno u otras fuerzas de unión entre las partículas de menor tamaño. Los materiales resultantes se denominan frecuentemente como celulosa microcristalina erosionada o celulosa microcristalina coloidal y tal celulosa microcristalina erosionada o coloidal formará típicamente suspensiones estables con poca o ninguna sedimentación. Por el contrario, la celulosa microcristalina no coloidal se asentará y no formará una suspensión estable en sistemas acuosos. La celulosa microcristalina coloidal, tal como celulosa microcristalina recubierta con carboximetilcelulosa, es descrita en la patente estadounidense No. 3.539.365 (Durand, et al.). Otra celulosa microcristalina coloidal, tal como celulosa microcristalina recubierta de almidón, es descrita en la solicitud de patente estadounidense No. 2011/0151097 (Tuason et al.). FMC Corporation (Filadelfia, PA, EE.UU.) fabrica y vende diversos productos de celulosa microcristalina coloidal, incluyendo aquellos de grado alimentario comestible y farmacéutico, bajo los nombres, entre otros, de AVICEL® y GELSTAR®.

20 Las mezclas de MCC y algunos hidrocoloides (tales como carboximetilcelulosa que tienen un grado de sustitución de al menos 0,95, pectina, alginato, carragenano, goma de xantano, goma de agar, goma wellan o goma gellan) pueden ser demasiado 'resbaladizas' para ser satisfactoriamente erosionadas. El desgaste menos satisfactorio de las partículas de MCC puede tener un efecto perjudicial sobre la funcionalidad del estabilizador de MCC. Como resultado, se han hecho algunos intentos para resolver este problema usando un agente erosionador, por ejemplo, una sal. Por ejemplo, véanse los documentos US 7.879.382, US 7.462.232 y US 5.366.724. Se han adoptado otros enfoques para preparar composiciones adecuadas de MCC/hidrocoloide. Por ejemplo, véase los documentos US 2005/0233046; US 2011/0151097; y el documento WO 2010/136157.

25 La patente estadounidense No. 3.539.365 A, divulga agentes estabilizadores compuestos de MCC y CMC coprocesados, en los que la CMC tiene un grado de sustitución (DS) de 0,60-0,90 y puede tener una viscosidad de 20-800 cps. La CMC final mencionada en la Tabla I de esta patente, que es un ejemplo comparativo tiene un DS de 1,3, pero no se menciona la viscosidad de esta CMC. Esta patente también indica que en la clase de los llamados grados de viscosidad baja y media de CMC, la viscosidad de soluciones al 2% puede variar dentro de un intervalo de aproximadamente 20 a 800 cps. En la clase de grados de viscosidad elevada de CMC, la viscosidad de soluciones al 1% puede variar hasta aproximadamente 2.200 cps.

30 Sin embargo, subsiste la necesidad de una composición de celulosa microcristalina coloidal coerosionada que contenga una carboximetilcelulosa que tenga un grado de sustitución de al menos 0,95 (siendo estas carboximetilcelulosas resbaladizas). Los solicitantes han encontrado inesperadamente que una carboximetilcelulosa que tiene un grado de sustitución de 0,95-1,5 y una viscosidad de menos de 100 cps puede ser coerosionada con MCC y que dichas composiciones estabilizadoras coerosionadas proporcionan una estabilización superior, por ejemplo, en sistemas alimenticios acuosos.

Sumario de la invención

5 La presente invención se refiere a una composición estabilizadora coerosionada que comprende: (i) celulosa microcristalina y (ii) al menos 4% en peso de carboximetilcelulosa, con base en el peso total de los componentes (i) - (ii), en donde la carboximetilcelulosa tiene un grado de sustitución de 0,95-1,5 y una viscosidad Brookfield de menos de 100 cps medida usando un viscosímetro Brookfield con 2% de sólidos en agua a 25°C, 60 rpm y husillo # 1. La composición es útil como estabilizadora, particularmente, en aplicaciones alimentarias y farmacéuticas.

La presente invención también se refiere a una composición industrial que comprende el estabilizadora de la presente invención, en donde la composición industrial es, por ejemplo, una composición farmacéutica, una composición veterinaria, una composición agrícola o una composición cosmética.

10 Además, la presente invención se refiere a un método para elaborar la composición estabilizadora de la invención, que comprende: a) mezclar la celulosa microcristalina y la carboximetilcelulosa del componente (ii); b) coerosionar la mezcla de la etapa a); y c) secar el extrudido de la etapa b).

Descripción detallada de la invención

15 "Coloide" y "coloidal" se usan indistintamente en la presente memoria descriptiva para definir partículas que pueden ser debidamente suspendidas en una mezcla acuosa. Como es conocido por los expertos en la técnica y a la que se hace referencia en la presente memoria, las partículas coloidales pueden tener cualquier tamaño de partícula adecuado, con la condición de que sean capaces de formar suspensiones uniformes; por ejemplo, cuando se miden en suspensión, la mayoría de las partículas pueden tener un tamaño de partícula de 0,1 a 30 micrómetros.

20 Todas las viscosidades de las carboximetilcelulosas a las que se hace referencia en este documento pueden medirse como sigue. La carboximetilcelulosa utilizada en la presente invención es una carboximetilcelulosa de baja viscosidad que tiene un grado de sustitución de 0,95-1,5 y una viscosidad de menos de 100 cps. La viscosidad de menos de 100 cps se puede medir usando un viscosímetro Brookfield con 2% de sólidos en agua a 25°C, 60 rpm, husillo # 1. La carboximetilcelulosa de "viscosidad media", tal como se utiliza aquí en la presente memoria, se refiere a carboximetilcelulosa que tiene un intervalo de aproximadamente 200 a 4.000 cps (por ejemplo, cuando se mide usando un viscosímetro Brookfield con 2% de sólidos en agua, 25°C a 30 rpm, husillo # 2). Cualquier carboximetilcelulosa que tenga una viscosidad más alta que la "viscosidad media" puede considerarse carboximetilcelulosa de grado de "alta viscosidad" (y tal viscosidad puede medirse usando un viscosímetro Brookfield con 2% de sólidos en agua, 25°C a 30 rpm, husillo # 3 o # 4).

30 Además, se divulgan productos alimenticios comestibles que contienen las presentes composiciones. Estos productos alimenticios pueden incluir sistemas acuosos, emulsiones, bebidas, salsas, sopas, aderezos, bebidas y productos lácteos y no lácteos, postres congelados y alimentos cultivados. Los productos alimenticios comestibles pueden comprender adicionalmente diversos materiales comestibles y aditivos, incluyendo proteínas, zumos de frutas, jugos vegetales, sustancias saborizadas con frutas, o cualquier combinación de los mismos. Además, se describen una serie de suspensiones industriales que comprenden las presentes composiciones que están adaptadas para uso en productos farmacéuticos, productos cosméticos, productos veterinarios, productos de cuidado personal, productos agrícolas o formulaciones químicas.

Celulosa microcristalina

40 Cualquier MCC se puede emplear en composiciones de la presente invención. Se puede emplear MCC de cualquier fuente en las composiciones de la presente invención. Las materias primas a partir de las cuales se puede obtener MCC incluyen, por ejemplo, pulpa de madera (tal como sulfito blanqueado y pulpas de sulfato), cáscara de maíz, bagazo, paja, algodón, pelusa de algodón, lino, cáñamo, ramio, celulosa de algas y celulosa fermentada. Las materias primas adicionales incluyen pulpas kraft blanqueadas de madera blanda, pulpas kraft blanqueadas de madera dura, pulpas kraft blanqueadas de eucalipto, pulpas de papel, pulpas de pelusa, pulpas de disolución y pulpas celulósicas blanqueadas que no son de madera. En una realización, la MCC usada es una aprobada para consumo humano por la Administración de Alimentos y Fármacos de los Estados Unidos.

45 La celulosa microcristalina puede estar en cualquier forma adecuada. La celulosa microcristalina se coerosionada preferiblemente en forma de una "torta húmeda". Una torta húmeda de celulosa microcristalina es una celulosa microcristalina que se ha fabricado en forma húmeda (por ejemplo, que contiene agua) y no ha sido secada ("nunca se ha secado"). En otras palabras, una torta húmeda de celulosa microcristalina es celulosa microcristalina que no ha sido previamente secada y rehidratada con agua. La celulosa microcristalina (MCC) puede comprender pequeños microcristales de tipo bastoncillo de celulosa parcialmente hidrolizada (beta-1,4-glucano). El beta-1,4-glucano puede derivarse de cualquier método de degradación química deseado aplicado a un material de celulosa seleccionado.

50 La celulosa microcristalina se produce tratando una fuente de celulosa, preferentemente celulosa alfa en forma de pulpa a partir de materiales vegetales fibrosos, con un ácido mineral, preferiblemente ácido clorhídrico (hidrólisis ácida). El ácido ataca selectivamente las regiones menos ordenadas de la cadena de polímero de celulosa

5 exponiendo y liberando así los sitios cristalinos que forman agregados cristalinos que constituyen la celulosa microcristalina. A continuación, se separan de la mezcla de reacción y se lavan para eliminar los subproductos degradados. La masa húmeda resultante, que generalmente contiene 40 a 60 por ciento de humedad, se denomina en la técnica por varios nombres, incluyendo 'celulosa hidrolizada', 'torta húmeda de celulosa hidrolizada', 'celulosa DP estabilizada', 'torta húmeda de celulosa microcristalina', o simplemente 'torta húmeda'.

10 El proceso clásico para la producción de MCC es la hidrólisis ácida de celulosa purificada, iniciada por O. A. Battista (patentes estadounidenses Nos. 2.978.446, 3.023.104 y 3.146.168). Pueden usarse diversos tratamientos químicos o mecánicos para mejorar la hidrólisis ácida de la MCC. En los esfuerzos por reducir el coste manteniendo o mejorando la calidad de la MCC, se han propuesto también diversos procesos alternativos. Entre éstos se encuentran la explosión de vapor (patente estadounidense No. 5.769.934, Ha et al.), la extrusión reactiva (patente estadounidense No. 6.228.213, Hanna et al.), la hidrólisis en una etapa y blanqueamiento (publicación de patente internacional WO 01/0244; Schaible et al.), e hidrólisis parcial de una celulosa semicristalina y un licor de reacción acuoso en un reactor presurizado con oxígeno y/o gas dióxido de carbono y funcionando entre 100°C y 200°C (patente estadounidense No. 5.543.511).

15 Carboximetilcelulosa

20 La carboximetilcelulosa utilizada en la presente invención en el componente (ii) es muy específica y tiene un grado de sustitución de 0,95 a 1,5 y una viscosidad Brookfield de menos de 100 cps medida usando un viscosímetro Brookfield con un 2% de sólidos en agua a 25°C, 60 rpm y el husillo # 1. Se considera en este campo que tal carboximetilcelulosa tiene un alto grado de sustitución y una viscosidad muy baja (y, como tal, a veces se denomina aquí como una "CMC de DS alto/baja viscosidad"). En realizaciones más particulares, el grado de sustitución puede ser de 1,0-1,5, más específicamente, 1,0-1,4 y 1,1-1,3; y la viscosidad puede ser de 2 a 100 cps, más específicamente, de 2 a 50 cps, de 2 a 35 cps, de 2 a 30 cps y de 2 a 25 cps.

Tal carboximetilcelulosa puede ser una carboximetilcelulosa de metal alcalino, más particularmente carboximetilcelulosa de sodio, potasio o amonio, y lo más preferiblemente carboximetilcelulosa sódica.

25 La carboximetilcelulosa se caracteriza, entre otras cosas, por el grado de sustitución (a veces denominado en este documento como "DS"). El DS representa el número promedio de grupos hidroxilo sustituidos por unidad de glucosa anhidra. Por ejemplo, cada unidad de glucosa anhidra en la carboximetilcelulosa contiene tres grupos hidroxilo, lo que le da a la carboximetilcelulosa un DS máximo teórico de 3,0.

30 La carboximetilcelulosa comercialmente disponible que tiene un DS de 0,95-1,5 es Ambergum 1221 (Ashland, una carboximetilcelulosa de baja viscosidad que tiene un DS de aproximadamente 1,2).

35 Preferiblemente, la composición estabilizadora coerosionada de la presente invención comprende adicionalmente el componente (iii) al menos uno de una carboximetilcelulosa que tiene un grado de sustitución de menos de 0,45 a 0,9 o una carboximetilcelulosa que tiene un DS de 0,95 a 1,5 y una viscosidad de 200-4.000 cps. Tales carboximetilcelulosas también incluyen sales de metales alcalinos de las mismas tales como carboximetilcelulosa de sodio, potasio o amonio. La carboximetilcelulosa del componente (iii) puede tener una viscosidad media de 200 cps a 4.000 cps, preferiblemente de 200 cps a 1.000 cps, con un DS entre 0,45 hasta aproximadamente 0,9. Un ejemplo particular de esta CMC de viscosidad media - DS bajo es Aqualon serie 7MF de Ashland. La carboximetilcelulosa del componente (iii) también puede tener una baja viscosidad de 5 cps a 200 cps, preferiblemente de 5 cps a 100 cps, con un DS entre 0,45 hasta aproximadamente 0,9. Un ejemplo particular de esta CMC de baja viscosidad - DS bajo es Aqualon 7LF de Ashland. Además, la carboximetilcelulosa del componente (iii) también puede tener una viscosidad de 200 cps a 4.000 cps, preferiblemente 200 cps a 1.000 cps, con un DS entre aproximadamente 0,95 hasta aproximadamente 1,5. Ejemplos particulares de tales CMC de viscosidad media - DS alto incluyen Aqualon 12M8F y 12M31P, todos de Ashland.

45 Generalmente, la celulosa microcristalina está presente en una cantidad de 60-96%, más preferiblemente 80-95%, más preferiblemente 80-90%, todas con base en el peso total de la celulosa microcristalina y carboximetilcelulosa del componente (ii). La carboximetilcelulosa del componente (ii) está presente en una cantidad de al menos 4%, con base en el peso total de celulosa microcristalina y carboximetilcelulosa del componente (ii), o de 4-40%, más preferiblemente 5-20 %, más preferiblemente 10-20%, todo con base en el peso total de la celulosa microcristalina y carboximetilcelulosa del componente (ii). Además, si está presente la carboximetilcelulosa del componente (iii), entonces la carboximetilcelulosa del componente (iii) puede estar presente en una cantidad de 2-36%, más preferiblemente de 2-20%, más preferiblemente de 2-15%, todos con base en el peso total de la composición estabilizadora.

55 Las composiciones estabilizadoras pueden consistir solamente en la MCC en el componente (i) y en la carboximetilcelulosa del componente (ii). Además, las composiciones estabilizadoras pueden consistir solamente en la MCC en el componente (i), en la carboximetilcelulosa del componente (ii) y en la carboximetilcelulosa del

componente (iii). La composición estabilizadora coerosionada de la presente invención puede contener menos de 5% de almidón, menos de 4% de almidón, menos de 3% de almidón, menos de 2% de almidón, menos de 1% de almidón, todo con base en el peso total del estabilizadora o no contener almidón. Además, la composición estabilizadora de la presente invención puede o no incluir cualquier auxiliar de erosión tal como una sal.

5 Históricamente, cuando se hicieron intentos para producir MCC coloidal con DS alto (es decir, 0,9-1,5)/viscosidad media (200-4.000 cps), la erosión entre MCC y CMC sería muy resbaladiza, incapaz de generar un perfil de trabajo adecuado. Las pruebas también mostraron un rendimiento insatisfactorio en las aplicaciones de alimentos. Los inventores de la presente invención descubrieron que si se usaba CMC de baja viscosidad - DS alto en la erosión /
 10 extrusión de MCC / CMC, el comportamiento cambia significativamente en oposición al uso de CMC de alta viscosidad - DS alto. La MCC / CMC coloidal resultante de la presente invención tenía un excelente rendimiento en aplicaciones alimentarias, tales como en bebidas de soja. Se descubrió una mayor sinergia en la erosión / extrusión con la adición de una segunda CMC, que también contribuyó al excelente desempeño alimentario.

Coerosión

15 La presente invención se refiere también a un método para preparar la composición estabilizadora de la presente invención, que comprende: a) mezclar la celulosa microcristalina y la carboximetilcelulosa del componente (ii); b) coerosionar la mezcla de la etapa a); y c) secar el extrudido de la etapa b). La carboximetilcelulosa del componente (iii), si está presente, se añade en la etapa a). Como se usa en la presente memoria, los términos "coerosión", "erosionado" y "erosión" se usan indistintamente para significar un proceso que efectivamente reduce el tamaño de al menos algunas, si no todas, las partículas a un tamaño coloidal. "Coerosión" es un término usado para referirse a
 20 la aplicación de fuerzas de cizallamiento a una mezcla de componentes. Los procesos de erosión adecuados se pueden lograr, por ejemplo, por coextrusión, molienda, mezcla o amasado. La MCC es típicamente una torta húmeda que tiene un nivel de sólidos de entre el 35% y el 70%, pero puede usarse en forma seca o rehidratada. Además de varios tipos de extrusores tal como se lleva a cabo en la fabricación actual de MCC, otros ejemplos de equipos para erosión de la torta húmeda o MCC:CMC incluyen rodillos / bandas de compresión, rodillos de calandrado, discos refinadores mecánicos, refinadores ultrasónicos, homogeneizadores de alta presión (incluyendo dispositivos de microfluidos), mezcladores planetarios de alta compresión y dispositivos de ondas de choque / cavitación. El secado puede llevarse a cabo mediante una diversidad de medios, tales como deshidratación por aspersión, secado en horno, liofilización, secado en tambor, secado ultrarrápido, lecho fluidizado, secado al vacío, secado en masa o secado en reactor térmico. El secado elimina el agua de la composición para obtener un producto que sería reconocido por un experto en la técnica como un producto "seco". Para la deshidratación por aspersión, el extrudido se dispersa en agua para formar una suspensión, opcionalmente homogeneizada, y luego se deshidrata por aspersión. Las partículas secas formadas a partir de la deshidratación por aspersión se pueden reconstituir en un medio o solución acuosa deseada para formar las composiciones, productos alimenticios comestibles y suspensiones de aplicación industrial descritas en la presente memoria.

35 Formulaciones utilizando la composición estabilizadora

Las composiciones estabilizadoras coerosionadas de la presente invención pueden actuar como estabilizadoras en una diversidad de usos industriales y de consumo. En particular, estas aplicaciones incluyen productos alimentarios (por ejemplo, bebidas), farmacéuticos, de cuidado de la salud, agroquímicos y otras aplicaciones industriales.

40 Las composiciones estabilizadoras, después del secado hasta una forma en polvo, se pueden mezclar con una solución acuosa para formar una suspensión coloidal estable. Los productos alimenticios comestibles formados usando las composiciones estabilizadoras descritas en este documento son capaces de proporcionar propiedades coloidales estables durante periodos prolongados incluso en condiciones de pH ácido.

45 Algunos ejemplos de los productos alimenticios comestibles incluyen los siguientes: suspensiones, salsas (especialmente del tipo de bajo pH / alta salinidad), sopas evaporadas, salsas (incluidos tanto salsas que pueden ser tomadas con cuchara y vertidas), bebidas (incluidas las tratadas térmicamente, por ejemplo, por pasteurización o ultra pasteurización, o por tratamiento térmico con ultra alta temperatura (UHT) o de alta temperatura por corto tiempo (HTST) o procesos de evaporación, proteínas y bebidas nutricionales procesadas por UHT y evaporadas, bebidas proteicas a bajo pH procesadas a UHT, bebidas fortificadas con calcio y tratadas a UHT, bebidas lácteas tratadas a UHT), cremas con leche procesadas a UHT y evaporadas, postres congelados de bajo pH (por ejemplo, sorbetes de frutas), sistemas de alimentos aireados, productos cultivados lácteos y no lácteos (crema agria, yogures) y rellenos o cremas de panadería. Ejemplos más específicos de bebidas que contienen la composición estabilizadora de la invención incluyen bebidas lácteas, por ejemplo, bebidas lácteas que contienen leche (incluyendo leche baja en grasa y sin grasa) y leches saborizadas tales como leche achocolatada y leche de fresa, así como con contenido de proteínas vegetales tales como proteína de soja y proteína de nueces.

Los niveles de uso de las composiciones estabilizadoras en los productos alimenticios pueden variar desde aproximadamente 0,05% hasta aproximadamente 3,5% en peso del producto alimenticio total, y en algunos casos pueden ser de 0,2% a 2% en peso del producto alimenticio total.

5 Los productos alimenticios también pueden incluir otros ingredientes comestibles tales como, por ejemplo, pulpas vegetales o de frutas, sales minerales, fuentes de proteínas, zumos de frutas, acidulantes, edulcorantes, agentes reguladores, modificadores del pH, sales estabilizadoras o una combinación de los mismos. Los expertos en la técnica reconocerán que pueden añadirse también cualquier número de otros componentes comestibles, por ejemplo, saborizantes adicionales, colorantes, conservantes, reguladores de pH, suplementos nutricionales, auxiliares de procesamiento y similares. Los ingredientes comestibles adicionales pueden ser solubles o insolubles, y, si son insolubles, pueden estar suspendidos en el producto alimenticio.

10 Algunos de los productos alimenticios comestibles que pueden contener la composición estabilizadora de la invención pueden comprender proteína y/o zumo de fruta (por ejemplo, los zumos de frutas que contienen sólidos (tales como pulpa) y néctares se estabilizan fácilmente añadiendo las composiciones estabilizadoras). En tales mezclas que sólo tienen jugo o sólo proteína, la composición de la composición estabilizadora y la cantidad de la composición estabilizadora usada en la mezcla de bebidas pueden necesitar ser ajustadas en consecuencia para mantener los resultados de estabilidad deseados. Dicho ajuste rutinario de la composición está totalmente dentro de las capacidades de un experto en la técnica y está dentro del alcance y propósito de la presente invención. Estos productos alimenticios comestibles pueden ser productos de mezcla seca (compotas, salsas, sopas instantáneas, bebidas instantáneas de cacao, etc.), sistemas lácteos de bajo pH (crema agria / yogur, bebidas de yogur, yogurt congelado estabilizado, etc.), productos horneados y un agente de relleno en sistemas alimenticios no acuosos y en sistemas alimenticios de baja humedad.

15 Los zumos adecuados que incorporan la composición estabilizadora incluyen zumos de frutas (incluyendo, pero no limitados a, zumo de limón, zumo de lima y zumo de naranja, incluyendo variaciones tales como limonada, zumo de lima o naranja, zumos de uva blanca y roja, zumo de pomelo, zumo de manzana, zumo de pera, jugo de arándano, zumo de arándano, zumo de frambuesa, zumo de cereza, zumo de piña, zumo de granada, zumo de mango, zumo de albaricoque o néctar, zumo de fresa, zumo de kiwi) y zumos de vegetales (incluyendo, pero no limitado a, zumo de tomate, zumo de zanahoria, zumo de apio, zumo de remolacha, zumo de perejil, zumo de espinaca y zumo de lechuga). Los zumos pueden estar en cualquier forma, incluyendo formas líquidas, sólidas o semisólidas tales como geles u otros concentrados, helados o sorbetes, o polvos, y también pueden contener sólidos suspendidos.

20 En otra realización, en lugar de zumo de fruta pueden usarse sustancias saborizadas con frutas u otras sustancias edulcoradas, incluyendo aquellas saborizadas naturalmente, saborizadas artificialmente, o aquellas con otros sabores naturales ("WONF"). Tales sustancias saborizadas con frutas también pueden estar en forma de líquidos, sólidos o semisólidos, tales como polvos, geles u otros concentrados, helados o sorbetes, y también pueden contener sólidos en suspensión.

25 Las proteínas adecuadas para los productos alimenticios comestibles que incorporan las composiciones estabilizadoras incluyen proteínas alimenticias y aminoácidos, que pueden ser beneficiosos para mamíferos, aves, reptiles y peces. Las proteínas alimenticias incluyen proteínas animales y vegetales y fracciones o derivados de las mismas. Las proteínas derivadas de los animales incluyen la leche y los productos derivados de la leche, tales como la crema espesa, crema ligera, leche entera, leche baja en grasa, leche descremada, leche fortificada incluyendo la leche fortificada con proteínas, leche procesada y los productos lácteos incluyendo leche desnatada o leche entera sobrecalentada y/o condensada, endulzada o no, leche en polvo incluyendo leche en polvo entera y leche desnatada en polvo (NFD), caseína y caseinatos, productos de suero y derivados del suero, tales como concentrado de suero, suero deslactosado, suero desmineralizado, aislado de proteína de suero. También se pueden utilizar proteínas de huevo y derivados de huevo. Las proteínas derivadas de plantas incluyen proteínas de nueces y derivadas de nueces, proteínas de sorgo, leguminosas y derivadas de leguminosas tales como productos de soja y derivados de soja tales como proteínas de soja fresca no tratada, soja líquida, concentrado de soja, aislado de soja, harina de soja y de arroz y todas las formas y fracciones de los mismos. Las proteínas alimenticias pueden usarse en cualquier forma disponible, incluyendo líquida, condensada o en polvo. Sin embargo, cuando se usa una fuente de proteína en polvo, puede ser deseable hidratar previamente la fuente de proteína antes de la mezcla con composiciones estabilizadoras y zumo para una mayor estabilidad de la bebida resultante. Cuando se añade proteína junto con un zumo de frutas o vegetales, la cantidad utilizada dependerá del resultado final deseado. Las cantidades típicas de proteína varían de aproximadamente 1 a aproximadamente 20 gramos por porción de 8 onzas de los productos alimenticios comestibles estables resultantes, tales como bebidas, pero pueden ser mayores dependiendo de la aplicación.

30 Otros productos y aplicaciones para los que pueden utilizarse las presentes composiciones, o composiciones estabilizadoras, incluyen suspensiones industriales. En algunas realizaciones, las suspensiones industriales incluyen las presentes composiciones que están adaptadas para uso en productos farmacéuticos, cosméticos, productos de cuidado personal, productos agrícolas o formulaciones químicas. Algunos ejemplos de aplicaciones incluyen el uso como un excipiente para formas de dosificación orales tales como comprimidos y pastillas masticables,

5 enmascaramiento del sabor para fármacos activos (tales como APAP, aspirina, ibuprofeno, etc.); agente de suspensión; agente de liberación controlada en aplicaciones farmacéuticas; sistema de suministro para agentes saborizantes e ingredientes nutracéuticos en aplicaciones alimentarias, farmacéuticas y agrícolas; agente de liberación sostenida de compresión directa, que puede usarse en formas de dosificación farmacéutica tales como comprimidos, películas y suspensiones; espesante, que se puede usar en espumas, cremas y lociones para aplicaciones de cuidado personal; agente de suspensión, que se puede utilizar con pigmentos y rellenos en cerámicas, colorantes, cosméticos y cuidado bucal; material en cerámicas; sistema de suministro de plaguicidas incluyendo insecticidas y otros productos agrícolas.

10 Como controles usados en los ejemplos a continuación, se ensayaron CMC comercialmente disponible coerosionada y CMC de viscosidad media - DS alto (con o sin una segunda CMC) en los ejemplos siguientes, bajo las condiciones de extrusión idénticas de la presente invención. Todas las muestras de control comerciales fallaron en las pruebas de alimentos achocolatados. También se muestran en los ejemplos siguientes los productos comerciales de MCC coloidales que comprenden otros CMC con DS elevado (pero con viscosidades más elevadas) en comparación con la presente invención en el rendimiento de las aplicaciones alimentarias.

15 Además, tal como se demuestra en los ejemplos siguientes, a medida que la viscosidad de CMC va más allá de 200 cps en el intervalo de viscosidad media - DS alto, como se muestra por los controles (Ejemplos 15-16), las muestras elaboradas bajo condiciones de erosión/extrusión controlada fallaron inmediatamente en las pruebas con alimentos.

20 Si se desea, se pueden añadir polvos secos de MCC / CMC coloidales (tales como Avicel® CL611 o Avicel® RC591) a la mezcla de MCC / CMC de DS alto y se erosionan / extruden juntos para generar productos que funcionan con los alimentos como se muestra en uno de los siguientes ejemplos. Una estrategia adicional para ayudar a la erosión puede incluir la coerosión/coextrusión con enfriamiento directo mediante la adición de hielo seco (CO₂ congelado), nitrógeno líquido, amoníaco líquido, etc. Otro enfoque incluye la adición / disolución de sales de amonio en la mezcla de MCC / CMC de DS alto, que enfriará la mezcla (especialmente durante la erosión o extrusión), así como hará que sea más fácil de erosionar o extrudir el extrudido. Las sales de amonio también pueden deprimir la viscosidad de la dispersión, facilitando el secado a mayor contenido de sólidos en la deshidratación por aspersión. Si se produce el secado a granel, el producto coloidal de MCC sería más esponjoso y más poroso (debido a la descomposición / hinchamiento de las sales de amonio). Finalmente, hay un beneficio adicional en que las sales de amonio se hinchen y no dejan sal residual en el producto final. Las sales de amonio pueden incluir cualquier sal inorgánica soluble en agua, tal como, pero sin limitación, carbonato de amonio, bicarbonato de amonio, cloruro de amonio, sulfatos de amonio y fosfatos de amonio, etc. Las sales de amonio también pueden incluir cualquier sal orgánica soluble en agua tal como, pero sin limitarse a, acetato de amonio, citrato de amonio, lactato de amonio, formiato de amonio, tartrato de amonio, oxalato de amonio y ascorbato de amonio, etc. El bicarbonato de amonio y el carbonato de amonio son las sales preferidas.

35 Otras características y ventajas de las realizaciones anteriores serán evidentes a partir de la siguiente descripción detallada y de las reivindicaciones. Las realizaciones descritas son tan solo ejemplos y explicativas y no deben considerarse restrictivas de la invención. A menos que se indique lo contrario en la presente memoria, todas las partes, porcentajes, relaciones y similares son en peso.

Ejemplos

40 Las viscosidades Brookfield de las composiciones coerosionadas ensayadas a continuación se obtuvieron usando un viscosímetro RVT con un husillo apropiado (típicamente entre 1-4) a 20 rpm y a 20°C a 23°C. Las viscosidades se midieron para determinar una viscosidad inicial y una viscosidad ajustada después de 24 horas.

45 "Resistencia del gel (G')" se refiere a la energía almacenada de forma reversible del sistema (el módulo elástico G') y con relación a las composiciones de la presente invención es una función de la concentración de celulosa. Las mediciones en los ejemplos se realizaron usando un reómetro TA-Instruments (ARES-RFS3) con barrido de deformación oscilante a 1 Hz y a 20°C, con un tamaño de hueco de 1,8 mm en una dispersión en agua (desionizada) con 2,6% de sólidos después de 24 Horas.

Ejemplos 1-7 (MCC/DS alto con bajas viscosidades < 25 cps, Ambergum1221)

Ejemplo 1: MCC erosionado con CMC de baja viscosidad - DS alto

50 Se obtuvo la torta húmeda de MCC mediante hidrólisis ácida. Se deshidrató hasta un nivel de sólidos del 41,6%. En un mezclador Hobart, se mezcló la torta húmeda de MCC con CMC Ambergum 1221 (Ashland, Inc., Wilmington, DE, EE.UU.) en una relación de 85:15 partes en peso durante varios minutos. La mezcla se hizo pasar varias veces a través de una extrusora de doble husillo corrotativa con un perfil de trabajo suficiente. El extrudido de MCC:CMC se dispersó a continuación en agua desionizada. La suspensión resultante se hizo pasar a través de un homogeneizador Manton Gaulin a 2.500 a 3.000 psi y se deshidrató por aspersión en un secador de aspersión de 3

pies para formar un polvo. Cuando se dispersó nuevamente el polvo de MCC:CMC seco en agua desionizada, con 2,6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 520 cps y una viscosidad ajustada después de 24 h de 1.030 cps.

Ejemplo 2: MCC erosionada con CMC de baja viscosidad y DS alto (Ambergum 1221)

5 Este ensayo se llevó a cabo generalmente como en el Ejemplo 1, excepto que la proporción de MCC:CMC era de 80%: 20% y el nivel de sólidos de la torta húmeda de MCC se deshidrató hasta aproximadamente 42%. Cuando se dispersó nuevamente el polvo de MCC:CMC seco en agua desionizada, con un 2,6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 280 cps y una viscosidad ajustada después de 24 h de 680 cps. La dispersión de sólidos al 2,6% se midió después de 24 horas y mostró una resistencia en gel G' de 18 Pa. Se obtuvo un contenido coloidal de 64,2%.

Ejemplo 3: MCC erosionado conjuntamente con CMC de baja viscosidad y DS alto (Ambergum 1221) y CMC de baja viscosidad y DS bajo (7LF)

15 La MCC se coerosionó con dos tipos de CMC: Ambergum 1221 (DS alto, CMC de baja viscosidad) y CMC Aqualon 7LF (CMC de baja viscosidad, DS bajo). La relación MCC:CMC era 80% de MCC:14% de CMC Ambergum1221:6% de Aqualon 7LF. La torta húmeda de MCC se obtuvo por hidrólisis ácida. Se deshidrató hasta un nivel de sólidos del 41,6%. En un mezclador Hobart, se mezcló la torta húmeda de MCC con CMC Ambergum 1221 (Ashland, Inc., Wilmington, DE, EE.UU.) así como CMC Aqualon 7LF en una proporción de 80:14:6 partes en peso durante varios minutos. Se hizo pasar la mezcla a través de una extrusora de doble husillo corrotativa varias veces con un perfil de trabajo suficiente. El extrudido de MCC:CMC se dispersó a continuación en agua desionizada. Después, se deshidrató por aspersión la suspensión resultante en un deshidratador de aspersión de 3 pies para formar un polvo. Cuando se dispersó nuevamente el polvo de MCC:CMC deshidratado por aspersión en agua desionizada, con 2,6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 1.000 cps y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 3.000 cps. La dispersión de sólidos al 2,6% se midió después de 24 horas y mostró una resistencia en gel G' de 50 Pa. Se obtuvo un contenido coloidal del 85,7%.

25 **Ejemplo 4:** MCC coerosionada con CMC de baja viscosidad y DS alto (Ambergum 1221) y CMC de baja viscosidad y DS bajo (7LF)

30 Este ensayo se llevó a cabo como en el Ejemplo 3, excepto que la relación MCC:CMC era 84% de MCC: 12% de CMC Ambergum1221:4% de Aqualon 7LF. Cuando se volvió a dispersar el polvo de MCC:CMC seco en agua desionizada, con un 2,6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 1.000 cps y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 2.600 cps.

Ejemplo 5: MCC coerosionada con CMC de baja viscosidad y DS alto (Ambergum 1221) y CMC de viscosidad media y DS bajo (7MF)

35 Este ensayo se llevó a cabo como en el Ejemplo 3, excepto que la relación MCC:CMC era 80% de MCC: 14% de CMC Ambergum1221:6% de Aqualon 7MF. Cuando se volvió a dispersar el polvo de MCC:CMC seco en agua desionizada, con un 2,6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 3,400 cps y una viscosidad ajustada después de 24 h de 3.600 cps. La dispersión de sólidos al 2,6% se midió después de 24 horas y mostró una resistencia en gel G' de 100 Pa. Se obtuvo un contenido coloidal de 91,1%.

Ejemplo 6: MCC coerosionada con CMC de baja viscosidad y DS alto (Ambergum 1221) y CMC de viscosidad media y DS bajo (7MF)

40 Este ensayo se llevó a cabo como en el Ejemplo 3, excepto que la relación MCC:CMC era 80% de MCC: 15% de CMC Ambergum1221:5% de Aqualon 7MF. Cuando se volvió a dispersar el polvo de MCC:CMC seco en agua desionizada, con 2,6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 2,425 cps y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 4.000 cps.

45 **Ejemplo 7:** MCC coerosionada con CMC de baja viscosidad y DS alto (Ambergum 1221) y CMC de viscosidad media y DS bajo (7MF)

50 La MCC se coerosionó con dos tipos de CMC: Ambergum 1221 (CMC de DS alto, baja viscosidad) y CMC III Aqualon 7MF (CMC de DS bajo, viscosidad media). La proporción MCC:CMC era 80% de MCC: 15% de CMC Ambergum1221: 5% de Aqualon 7MF. La torta húmeda de MCC se obtuvo por hidrólisis ácida. A continuación, se mezcló y se extruyó en un montaje a escala piloto de una extrusora de doble husillo corrotativa. El extrudido de MCC:CMC se dispersó a continuación en agua desionizada. La suspensión resultante se deshidrató a continuación por aspersión para formar un polvo. Cuando el polvo de MCC: CMC deshidratado por aspersión se dispersó nuevamente en agua desionizada, con un 2,6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad

Brookfield inicial de 1.800 cps y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 3.150 cps. La dispersión de sólidos al 2,6% se midió después de 24 horas y mostró una resistencia en gel G' de 55 Pa.

Ejemplos 8-12: (MCC/CMC de DS alto con bajas viscosidades > 25 cps, < 100 cps)

Ejemplo 8: MCC erosionada con CMC de baja viscosidad y DS alto (Aqualon 12LF#17)

5 La CMC de baja viscosidad y DS alto utilizada en este ejemplo tenía una viscosidad de 38 cps y DS 1,28 (Aqualon 12LF # 17). Este ensayo se llevó a cabo como en el Ejemplo 2, excepto que la relación MCC:CMC era 80% de MCC:20% de CMC Aqualon 12LF. Cuando el polvo de MCC:CMC deshidratado por aspersión se dispersó nuevamente en agua desionizada, con un 2,6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 800 cps y una viscosidad ajustada después de 24 h de 850 cps. Se obtuvo un contenido coloidal del 37%.

Ejemplo 9: MCC coerosionada con CMC de baja viscosidad y DS alto (Aqualon 12LF#17) y CMC de baja viscosidad DS bajo (7LF)

15 MCC se coerosionó con dos tipos de CMC: CMC Aqualon 12LF # 17 (DS 1,28, viscosidad 38 cps) y Aqualon 7LF (una CMC de baja viscosidad, DS bajo). La relación MCC:CMC fue de 80% (MCC):14% de CMC (Aqualon12LF # 17):6% (Aqualon 7LF). La torta húmeda de CMC se obtuvo por cocción con hidrólisis ácida. Se deshidrató hasta un nivel de sólidos del 41,6%. En un mezclador Hobart, se mezcló la torta húmeda de MCC con CMC Aqualon 12LF # 17 (Ashland, Inc., Wilmington, DE, EE.UU.) así como CMC Aqualon 7LF en una relación de 80:14:6 partes en peso durante varios minutos. La mezcla se hizo pasar a través de una extrusora de doble husillo de corrotación varias veces con suficiente perfil de trabajo. El extrudido de MCC:CMC se dispersó a continuación en agua desionizada. La suspensión resultante se deshidrató a continuación por aspersión en un deshidratador de aspersión Bowen de 3 pies para formar un polvo. Cuando el polvo de MCC:CMC deshidratado por aspersión se dispersó nuevamente en agua desionizada con 2,6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 600 cps y un ajuste de viscosidad después de 24 horas de 2.050 cps. Se obtuvo un contenido coloidal de 61,5%.

25 **Ejemplo 10:** MCC de CMC desgastada conjuntamente con CMC de baja viscosidad de alta DS (Aqualon 12LF#17) y CMC de baja viscosidad de DS bajo (7LF)

30 MCC se coerosionó con dos tipos de CMC: CMC Aqualon 12LF # 17 (DS 1,30, viscosidad 36 cps) y Aqualon 7LF (una CMC de baja viscosidad, DS bajo). La relación MCC:CMC fue de 80% (MCC):14% de CMC (Aqualon12LF # 24):6% (Aqualon 7LF). La torta húmeda de CMC se obtuvo por hidrólisis ácida. Se deshidrató hasta un nivel de sólidos del 41,6%. En un mezclador Hobart, se mezcló la torta húmeda de MCC con CMC Aqualon 12LF # 24 (Ashland, Inc., Wilmington, DE, EE.UU.) así como CMC Aqualon 7LF en una relación de 80:14:6 partes en peso durante varios minutos. La mezcla se hizo pasar a través de una extrusora de doble husillo de corrotación varias veces con suficiente perfil de trabajo. El extrudido de MCC:CMC se dispersó a continuación en agua desionizada. La suspensión resultante se deshidrató a continuación por aspersión en un deshidratador de aspersión Bowen de 3 pies para formar un polvo. Cuando el polvo de MCC:CMC deshidratado por aspersión se dispersó nuevamente en agua desionizada con 2,6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 275 cps y un ajuste de viscosidad después de 24 horas de 1.600 cps. Se obtuvo un contenido coloidal de 55,7%.

Ejemplo 11: MCC erosionado con otro tipo de CMC de baja viscosidad y DS alto (Aqualon 12LF#24)

40 Este ensayo se llevó a cabo de la misma manera que en el Ejemplo 2, excepto que la relación MCC:CMC fue 85% de MCC:15% de CMC Aqualon 12LF # 24 durante la extrusión, se añadió hielo seco (30% en peso del extrudido en peso seco) para enfriar el producto extrudido directamente. Cuando el polvo de MCC:CMC deshidratado por aspersión se dispersó nuevamente en agua desionizada con 2,6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 1.000 cps y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 1.125 cps.

Ejemplo 12: MCC: CMC de baja viscosidad y DS alto (Aqualon 12LF#24)

45 MCC fue coerosionado con Aqualon 12LF # 24 (DS 1,30, viscosidad 36 cps) y polvo seco de Avicel® RC-591. El uso de polvo seco de Avicel® RC-591 mejoró la intensidad de la extrusión. La torta húmeda de MCC se obtuvo por hidrólisis ácida. Se deshidrató a un nivel de sólidos del 41,6%. En un mezclador Hobart, se mezcló la torta húmeda MCC con CMC Aqualon 12LF # 24 (Ashland, Inc., Wilmington, DE, EE.UU.) así como Avicel® RC-591 en una relación de 64:16:20 partes en peso, respectivamente, durante varios minutos. La mezcla se hizo pasar a través de una extrusora de doble husillo de corrotación varias veces con suficiente perfil de trabajo. El material extrudido se dispersó luego en agua desionizada. Después, la suspensión resultante se secó por aspersión en un secador por aspersión de 3 pies para formar un polvo. Cuando el polvo deshidratado por aspersión se dispersó nuevamente en agua desionizada con 2,6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield

inicial de 2.750 cps y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 2.600 cps. Se obtuvo un contenido coloidal de 86,9%.

Ejemplo 13: MCC coerosionada con CMC de baja viscosidad y DS alto (Ambergum 1221) y CMC de viscosidad media y DS alto (12M8F)

- 5 Este ensayo se llevó a cabo como en el Ejemplo 3, excepto que la relación MCC:CMC fue 80% de MCC:14% de CMC Ambergum1221: 6% de Aqualon 12M8F. Cuando se volvió a dispersar el polvo seco de MCC:CMC en agua desionizada con 2,6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 1.000 cps y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 1.500 cps. Se obtuvo un contenido coloidal de 64,9%.

Ejemplos comparativos (14-17)

- 10 **Ejemplo 14:** MCC erosionada con CMC de viscosidad media y DS alto (12M8F) bajo condiciones controladas

15 Se obtuvo la torta húmeda de MCC mediante hidrólisis ácida. Se deshidrató hasta un nivel de sólidos de 41,6%. En un mezclador Hobart, se mezcló la torta húmeda de MCC con CMC Aqualon 12M8F (Ashland, Inc., Wilmington, DE, EE.UU.) en una relación de 80:20 partes en peso durante varios minutos. La mezcla se hizo pasar a través de una extrusora de doble husillo de corrotación varias veces. El extrudido de MCC:CMC se dispersó a continuación en agua desionizada. Después, la suspensión resultante se deshidrató por aspersión en un deshidratador por aspersión de 3 pies para formar un polvo. Cuando el polvo de MCC:CMC deshidratado por aspersión se dispersó nuevamente en agua desionizada con 2,6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 740 cps y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 1.080 cps. La prueba de alimento en leche achocolatada falló inmediatamente, debido a una fuerte sedimentación.

- 20 **Ejemplo 15:** MCC coerosionada con CMC de viscosidad media y DS alto (12M8F) y CMC de DS bajo, bajo condiciones controladas

25 El experimento se llevó a cabo de una manera similar a la del Ejemplo 14, excepto que se usaron dos tipos de CMC durante la coerosión/extrusión. La relación fue de 80% de MCC: 10% de CMC 12M8F: 10% de 7LF. Cuando el polvo de MCC:CMC deshidratado por aspersión se dispersó nuevamente en agua desionizada con 2,6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 67 cps y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 1.260 cps. La prueba de alimento en leche achocolatada falló inmediatamente, debido a la fuerte sedimentación y separación de fases.

Ejemplo 16: MCC coloidal comercial que comprende CMC de viscosidad media y DS alto y sal

- 30 Se dispersó un MCC coloidal comercialmente disponible que contenía CMC de viscosidad media y DS alto y sal (como coadyuvante de erosión) en agua desionizada con un 2,6% de sólidos. Exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 1.650 cps y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 3.250 cps. Se obtuvo un contenido coloidal de 80%, que se determinó por centrifugación de la dispersión acuosa a 8.250 rpm durante 15 minutos, seguido por análisis gravimétrico de la porción sobrenadante seca. Se considera que este estabilizador comercialmente disponible está entre los mejores y se utiliza aquí como punto de referencia para comparar el comportamiento de los estabilizadores de la presente invención (utilizando una CMC diferente y sin coadyuvante de erosión).

Ejemplo 17: MCC coloidal comercial que comprende CMC de DS bajo (es decir, Avicel® RC-591)

Cuando se dispersó en agua desionizada con 1,2% de sólidos, esta muestra exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 40-175 cps y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 800 a 1.600 cps.

- 40 **Ejemplos 18-21:** Aplicaciones alimentarias

Ejemplo 18: Bebidas de leche achocolatada de UHT

Materiales y métodos:

- 45 Se prepararon muestras de bebidas achocolatada UHT usando: A) MCC coloidal comercial/ CMC de viscosidad media y DS alto, como se describe en el Ejemplo 16 (muestra de control); B) MCC coloidal/CMC de viscosidad baja y DS alto, como en el Ejemplo 2 (muestra de la invención); C) MCC coloidal/mezcla de CMC de baja viscosidad y DS alto y CMC de baja viscosidad y DS bajo como en el Ejemplo 3 (muestra de la invención); D) MCC coloidal/mezcla de CMC de baja viscosidad y DS alto y CMC de baja viscosidad y DS bajo como en el Ejemplo 4 (muestra de la

ES 2 628 612 T3

invención); E) MCC coloidal/mezcla de CMC de baja viscosidad y DS alto y CMC de viscosidad media y DS alto como en el Ejemplo 13 (muestra de la invención). Las formulaciones se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1

	Muestra A	Muestra B	Muestra C	Muestra D	Muestra E
Ingredientes	% en peso				
Leche- 1,0% de grasa	91,35	91,35	91,35	91,35	91,35
Azúcar	7,500	7,500	7,500	7,500	7,500
Cacao en polvo	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
Muestra A	0,25				
Muestra B		0,25			
Muestra C			0,25		
Muestra D				0,25	
Muestra E					0,25
Total	100	100	100	100	100

5 Proceso:

10 Todos los polvos se mezclaron en seco juntos y se mezclaron durante 30 minutos con la leche usando un aparato simple de mezcla en la parte superior (Lightnin Mixer). Cada muestra se procesó a través de un sistema de procesamiento directo e indirecto UHT/HTST Micro Thermics® ensamblado para suministrar las siguientes secuencias de temperatura y tiempo de permanencia. La mezcla sin procesar se precalentó primero a 185°F seguida de esterilización indirecta inmediata con vapor en el calentador final. El producto resultante se mantuvo a 284°F durante 6 segundos seguido de enfriamiento a 150°F. Se empleó una homogenización en dos etapas (primera etapa 2500 psi/ segunda etapa 500 psi). La mezcla esterilizada se enfrió más hasta ~ 70°F donde el producto se colocó en botellas transparentes de nalgene de 1/4 de litro dentro de una campana de llenado limpia y una salida de producto estéril. Se colocó un conjunto de botellas en almacenamiento en frío a 40°F y el segundo conjunto se colocó en un estante a temperatura ambiente (70°F). Las bebidas se analizaron en cuanto a viscosidad, pH y estabilidad física después de 1 día, 1 semana, 2 semanas, 1 mes y 3 meses de vida útil. Cada período de prueba consistió en las siguientes observaciones.

Tabla 2: Parámetros visuales

Parámetros visuales	Explicación	Escala estándar a utilizar
En la botella de 250 mL antes de cualquier manipulación		
crema	Separación de grasa en la parte superior	0 = ausencia; 1 = 0,5 mm; 2 = 0,5 a 1 mm; 3 = 1 a 2 mm; 4 > 2mm
Separación superior transparente	Capa transparente visual en la parte superior	0 = ausencia; 1 = >0-2 mm; 2 = > 2- 4 mm; 3 = >4-6 mm; 4 > 6 mm

ES 2 628 612 T3

Parámetros visuales	Explicación	Escala estándar a utilizar
Jaspeado	Capas transparentes de suero en el interior del producto (ondas)	0=ausencia; 1= jaspeado muy ligero; 2= jaspeado ligero; 3= jaspeado fuerte (no aceptable); 4= jaspeado muy fuerte (no aceptable)
Capa de sedimentación	Capa de cacao o partículas en el fondo del líquido	0 = ausencia; 1 = 0,5 mm; 2 = 0,5 a 1 mm; 3 = 1 a 2 mm; 4> 2 mm.
En un vaso de precipitados o cilindro de vidrio de 250 mL durante y después del vertido		
Propiedades de flujo	Durante el vertido se evaluó el nivel de ondulación hasta que las piezas gelificadas fueran visibles.	0= ausencia de ondulación; 1= ondulación leve; 2= ondulación; 3 = ondulación fuerte, hace ruido mientras se vierte (no aceptable); 4= piezas gelificadas (no aceptable).
Sedimentación en el fondo	Después de verter, las proteínas o partículas (por ejemplo, cacao, calcio) son visibles en el fondo de la botella.	0= ausencia de sedimentación; 1= sedimentación muy ligera; 2 = sedimentación ligera; 3= sedimentación fuerte (no aceptable); 4= sedimentación muy fuerte (no aceptable).
Redispersabilidad	Evaluación de la posibilidad de volver a dispersar la sedimentación de proteínas o partículas (por ejemplo, calcio, cacao, etc.) cuando el producto se vierte varias veces.	0 = ausencia de sedimentación; 1= la sedimentación desaparece después de 1 redispersión (= 2 vertimientos); 2= la sedimentación desaparece después de 2 redispersiones; 3= la sedimentación desaparece después de 3 redispersiones; 4= la sedimentación desaparece después de 4 redispersiones.

Tabla 3: Un mes de observación

	Muestra A	Muestra B	Muestra C	Muestra D	Muestra E
Viscosidad de almacenamiento al ambiente*	12,5	10,5	12,5	18	11
Viscosidad refrigerada #	16	11	11	16	11,5
Capa de sedimentación	ninguna	ninguna	ninguna	ninguna	ninguna
Otras observaciones		Ligero jaspeado a 40°F			

	Muestra A	Muestra B	Muestra C	Muestra D	Muestra E
* Viscosidad determinada usando un viscosímetro Brookfield LVF a 60 rpm, husillo # 1 a 70°F					
# Viscosidad determinada usando un viscosímetro Brookfield LVF a 60 rpm, husillo # 1 a 40°F					

5 Conclusión (un mes de observación): Los defectos visuales asociados con la inestabilidad en las bebidas achocolatadas se observan a menudo dentro de las primeras horas después del llenado de los recipientes. En las aplicaciones de leche achocolatada de UHT estabilizadas con celulosa microcristalina coloidal, el signo más prominente de inestabilidad es la sedimentación de las partículas de cacao. La muestra comercial A utilizada como control y un punto de referencia proporciona consistentemente una suspensión excelente de las partículas de cacao con una viscosidad mínima y sin signos de gelificación. Se encontró inesperadamente que las muestras de la invención B, C, D y E proporcionan características de estabilidad equivalentes que la muestra de control A que no revela signos de sedimentación ni signos visuales de gelificación. Entre estas muestras, en el caso de condiciones refrigeradas, la muestra B mostró un ligero jaspeado, pero aún era eficaz. Las muestras C, D y E tenían una estabilización ideal. Estos resultados indican que el estabilizador de la presente invención proporcionó un nivel inesperado de estabilización y fue comparable a un producto comercial de alto rendimiento. Las pruebas adicionales que se realizaron como se indica en la Tabla 2 no mostraron defectos para las muestras A - E.

15 **Ejemplo 19:** Bebidas lácteas achocolatadas de UHT

Materiales y métodos:

20 Se prepararon muestras de bebidas achocolatadas de UHT utilizando A) MCC coloidal comercial / CMC de viscosidad media y / DS alto, como se describe en el Ejemplo 16 (muestra de control); B) MCC coloidal / mezcla de CMC de baja viscosidad y DS alto y CMC de viscosidad media y DS bajo, como se describe en el Ejemplo 6 (muestra de la invención); C) MCC coloidal elaborado a escala piloto / mezcla de CMC de baja viscosidad y DS alto y CMC de viscosidad media y DS bajo como en el Ejemplo 7 (muestra de la invención). Las formulaciones se muestran en la Tabla 4.

Tabla 4

	Muestra A	Muestra B	Muestra C
Ingredientes	% en peso	% en peso	% en peso
Leche – 1,0% grasa	91,35	91,35	91,35
Azúcar	7,500	7,500	7,500
Polvo de cacao	0,9	0,9	0,9
Muestra A	0,25		
Muestra B		0,25	
Muestra C			0,25
Total	100	100	100

25 **Proceso:**

Todos los polvos se mezclaron en seco juntos y se mezclaron durante 30 minutos con la leche usando un aparato simple de mezcla en la parte superior (Lightnin Mixer). Cada muestra se procesó a través de un sistema de

5 procesamiento directo e indirecto UHT / HTST Micro Thermics® ensamblado para entregar las siguientes secuencias de temperatura y tiempo de permanencia. La mezcla sin procesar se precalentó primero a 185°F seguido de esterilización indirecta inmediata con vapor en el calentador final. El producto se mantuvo a 284°F durante 6 segundos seguido por enfriamiento a 150°F. Se empleó una homogeneización en dos etapas (etapa primera 2500 psi / segunda etapa 500 psi). La mezcla esterilizada se enfrió adicionalmente hasta ~ 70°F cuando el producto se colocó en botellas transparentes de nalgene de 1/4 de litro dentro de una campana de llenado limpia y una salida de producto estéril. Se colocó un conjunto de botellas en almacenamiento en frío a 40°F y el segundo conjunto se colocó en un estante a temperatura ambiente (70°F). Las bebidas se analizaron en cuanto a su viscosidad, pH y estabilidad física. Los parámetros visuales y la escala se describen en la Tabla 2.

10 Tabla 5: Una semana de observación

	Muestra A	Muestra B	Muestra C
Viscosidad de almacenamiento al ambiente*	10	19	14
Viscosidad refrigerada #	13	21	14
Capa de sedimentación	# 1	ninguno	ninguno
Otras observaciones	sin defectos	sin defectos	sin defectos
* Viscosidad determinada usando un viscosímetro Brookfield LVF a 60 rpm, husillo # 1 a 70°F			
# Viscosidad determinada usando un viscosímetro Brookfield LVF a 60 rpm, husillo # 1 a 40°F			

15 Conclusión (una semana de observación): La muestra A proporcionó buena estabilidad sin signos de gelificación y sedimentación muy ligera (pero aceptable) de algunas partículas de cacao. Se encontró que las muestras B y C proporcionan una excelente estabilidad sin signos de sedimentación y sin signos visuales de gelificación. Las pruebas adicionales que se realizaron como se expone en la Tabla 2 no mostraron defectos para las muestras A - C. Como resultado, se encontró inesperadamente que los estabilizadores de la presente invención probados en este Ejemplo eran superiores al producto comercial de alto rendimiento.

Ejemplo 20: Bebida de Soja de UHT

Materiales y métodos:

20 Se prepararon muestras de bebidas de soja de UHT usando A) MCC coloidal comercial / CMC de viscosidad media y DS alto, del Ejemplo 16; B) MCC coloidal / CMC de viscosidad baja y DS alto como en el Ejemplo 2 (muestra de la invención); C) MCC coloidal / mezcla de CMC de viscosidad baja y DS alto y CMC de baja viscosidad y DS bajo como en el Ejemplo 3 (muestra de la invención); D) MCC coloidal / mezcla de CMC de baja viscosidad y DS alto y CMC de baja viscosidad y DS baja como en el Ejemplo 4 (muestra de la invención). Las formulaciones se muestran en la Tabla 6.

Tabla 6

	Muestra A	Muestra B	Muestra C	Muestra D
Ingredientes	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso
Agua	89,47	89,47	89,47	89,47
Azúcar S2	6,12	6,12	6,12	6,12
TCP C53-83 Buddenheim 3 micras	0,33	0,33	0,33	0,33
Citrato trisódico	0,05	0,05	0,05	0,05

ES 2 628 612 T3

	Muestra A	Muestra B	Muestra C	Muestra D
Supro 760, Solae	3,75	3,75	3,75	3,75
Muestra A	0,28			
Muestra B		0,28		
Muestra C			0,28	
Muestra D				0,28
Total	100	100	100	100

Proceso:

5 Se añadieron proteína de soja aislada, citrato de sodio y 600 g de azúcar al agua calentada a 167°F. Los materiales se dejaron hidratar mientras se mezclaba suavemente con un mezclador Silverson para evitar la formación de espuma. Se añadieron a la mezcla una mezcla seca del estabilizador de MCC coloidal y 200 gramos de azúcar y se dejó agitar durante 5 minutos. El azúcar restante y el TCP se añadieron a continuación y se dejaron mezclar durante 5 minutos adicionales. El pH se comprobó y se registró. El producto fue entonces transferido al sistema de procesamiento directo e indirecto UHT / HTST Micro Thermics® ensamblado para suministrar las siguientes secuencias de temperatura y tiempo de permanencia. La mezcla no procesada se precalentó primero a 176°F 10 seguido de esterilización indirecta inmediata con vapor en el calentador final. El producto se mantuvo a 284°F durante 6 segundos seguido por enfriamiento a 150°F. Se empleó una homogeneización en dos etapas (etapa primera v / segunda etapa 500 psi). La mezcla esterilizada se enfrió adicionalmente a ~ 70°F cuando el producto se llenó en botellas transparentes de nalgene de 1/4 de litro dentro de una campana de llenado limpia y una salida de producto estéril. Las botellas se almacenaron a 4°C, 20°C y 30°C. Las bebidas se analizaron para determinar la 15 estabilidad basándose en los parámetros visuales y la escala como se describió anteriormente en la Tabla 2 (Ejemplo 20).

20 Conclusión (dos semanas de observación): Las muestras B, C y D proporcionaron buena funcionalidad y un sedimento muy ligero (siendo este sedimento muy fácil de volver a dispersar) y tales resultados fueron comparables con la muestra comercial A de alto rendimiento. Las pruebas adicionales que se realizaron como se expone en la Tabla 2 no mostraron defectos para las muestras A-D.

Ejemplo 21: Bebida de Soja de UHT

Materiales y métodos:

25 Se prepararon muestras de bebidas de soja de UHT usando A) MCC coloidal comercial / CMC de viscosidad media y DS alto, como se describe en el Ejemplo 16 (control); B) MCC coloidal / mezcla de CMC de baja viscosidad y DS alto y CMC de viscosidad media DS bajo, como en el Ejemplo 6 (muestra de la invención); C) MCC coloidal a escala piloto / mezcla de CMC de baja viscosidad y DS alto y CMC de viscosidad media DS bajo como en el Ejemplo 7 (muestra de la invención). Las formulaciones se muestran en la Tabla 7.

Tabla 7

	Muestra A	Muestra B	Muestra C
Ingredientes	% en peso	% en peso	% en peso
Agua	89,47	89,55	89,50
Azúcar S2	6,12	6,12	6,12
TCP C53-83 Buddenheim 3 micras	0,33	0,33	0,33

	Muestra A	Muestra B	Muestra C
Citrato trisódico	0,05	0,05	0,05
Supro 760, Solae	3,75	3,75	3,75
Muestra A	0,28		
Muestra B		0,20	
Muestra C			0,25
Total	100	100	100

Proceso:

5 Se añadieron proteína de soja aislada, citrato de sodio y 300 g de azúcar al agua calentada a 75°C. Los materiales se dejaron hidratar mientras se mezclaba suavemente con un mezclador Silverson para evitar la formación de espuma. Se añadió una mezcla seca del estabilizador coloidal de MCC y 40 gramos de azúcar mientras se mezclaba. A continuación, se añadieron el azúcar restante y el TCP y se dejaron mezclar. El pH se verificó para asegurar un pH aproximadamente de 7. El producto se transfirió entonces al sistema de procesamiento de UHT (intercambiador de calor de placa SPX) ensamblado para suministrar las siguientes secuencias de temperatura y tiempo de permanencia. La mezcla no procesada se precalentó primero a 80°C, seguido por homogeneización más adelante a 200 bar (primera etapa 150 / segunda etapa 50). La mezcla se calentó a 140°C durante 5 segundos seguido de enfriamiento a 10°C. El producto esterilizado se llenó asépticamente en botellas de Nalgene transparentes de 250 mL. Las botellas se almacenaron a 4°C. Las bebidas se analizaron en cuanto a viscosidad, pH y estabilidad con base en parámetros visuales y escala como se describió anteriormente en la Tabla 2.

15 Conclusión (un día de observación): Todas las muestras suspendieron el calcio perfectamente. No se observaron defectos. Las muestras B y C mostraron viscosidades más altas incluso a dosis significativamente más bajas, indicando una estabilización inesperadamente mejor que la muestra comercial A de alto rendimiento. Las pruebas adicionales que se realizaron como se indica en la Tabla 2 no mostraron defectos para las muestras A - C.

Aunque la invención se ha descrito en detalle y con referencia a realizaciones específicas de la misma, será evidente para un experto en la técnica que se pueden hacer varios cambios y modificaciones en la misma.

20

REIVINDICACIONES

1. Una composición estabilizadora coerosionada que comprende:
 - i) celulosa microcristalina y
 - ii) al menos 4% en peso de carboximetilcelulosa, con base en el peso total de los componentes i) -ii), y
- 5 en donde dicha carboximetilcelulosa tiene un grado de sustitución de 0,95-1,5 y una viscosidad Brookfield de menos de 100 cps medida usando un viscosímetro Brookfield con 2% de sólidos en agua a 25°C, 60 rpm y husillo # 1.
2. La composición estabilizadora de la reivindicación 1, en donde dicha viscosidad es menor a 50 cps.
3. La composición estabilizadora de la reivindicación 1, en donde dicha viscosidad es menor a 25 cps.
- 10 4. La composición estabilizadora de la reivindicación 1, en donde la celulosa microcristalina está presente en una cantidad de 60-96% en peso total de la celulosa microcristalina y carboximetilcelulosa en dicha composición estabilizadora y dicha carboximetilcelulosa está presente en una cantidad de 4 a 40% en peso total de la celulosa microcristalina y carboximetilcelulosa en dicha composición estabilizadora.
- 15 5. La composición estabilizadora de la reivindicación 1, que comprende iii) al menos una carboximetilcelulosa que tiene un grado de sustitución menor de 0,45 a 0,9 o una carboximetilcelulosa que tiene un DS de 0,95 a 1,5 y una viscosidad Brookfield de 200-4.000 cps medida usando un viscosímetro Brookfield con 2% de sólidos en agua a 25°C, 60 rpm y husillo # 1.
6. La composición estabilizadora de la reivindicación 5, en donde la carboximetilcelulosa del componente iii) está presente en una cantidad de 2 a 36% en peso total de la composición estabilizadora.
- 20 7. La composición estabilizadora de la reivindicación 5, en donde dicha carboximetilcelulosa del componente iii) que tiene un DS entre 0,45 a 0,9 tiene una viscosidad de 200 a 4.000 cps o una viscosidad de 5 a 200 cps.
8. El estabilizador de la reivindicación 1, en donde dicha carboximetilcelulosa tiene un grado de sustitución de 1,0-1,5.
9. El estabilizador de la reivindicación 5 que consiste de dicha celulosa microcristalina, dicha carboximetilcelulosa del componente ii) y dicha carboximetilcelulosa del componente iii).
- 25 10. El estabilizador de la reivindicación 1, en donde dicho estabilizador no contiene almidón.
11. Un alimento que comprende la composición estabilizadora de la reivindicación 1.
12. El alimento de la reivindicación 11, en donde el alimento es una bebida.
13. El alimento de la reivindicación 12, en donde la bebida tiene un pH de 2-7.
- 30 14. El alimento de la reivindicación 13, en donde la bebida comprende al menos una proteína láctea o una proteína vegetal.
15. El alimento de la reivindicación 14, en donde dicha proteína vegetal comprende al menos una proteína de soja o una proteína de nuez.
16. El alimento de la reivindicación 12, en donde la composición estabilizadora está presente en una cantidad de 0,05 a 3,5% en peso total de la bebida.
- 35 17. Una composición industrial que comprende el estabilizador de la reivindicación 1, en donde dicha composición industrial es una composición farmacéutica, una composición veterinaria, una composición agrícola o una composición cosmética.
- 40 18. Un método de elaboración de la composición estabilizadora de la reivindicación 1, que comprende: a) mezclar la celulosa microcristalina y la carboximetilcelulosa del componente ii) de la reivindicación 1; b) coerosionar la mezcla de la etapa a); y c) secar el extrudido de la etapa b).

19. El método de la reivindicación 18, que comprende mezclar la carboximetilcelulosa del componente iii) de la reivindicación 5 en la etapa a).