

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 635 390**

51 Int. Cl.:

A61K 47/26 (2006.01)
A61K 9/00 (2006.01)
A61K 31/07 (2006.01)
A61K 31/355 (2006.01)
A61K 31/375 (2006.01)
A61K 31/4415 (2006.01)
A61K 31/455 (2006.01)
A61K 31/525 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.01.2013 PCT/FR2013/050179**
 87 Fecha y número de publicación internacional: **08.08.2013 WO13114034**
 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.01.2013 E 13706584 (3)**
 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.07.2017 EP 2809351**

54 Título: **Método de preparación de un producto almibarado que comprende vitaminas**

30 Prioridad:

30.01.2012 WO PCT/FR2012/050197

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
03.10.2017

73 Titular/es:

**URGO RECHERCHE INNOVATION ET
DEVELOPPEMENT (100.0%)
42 rue de Longvic
21300 Chenôve, FR**

72 Inventor/es:

**EYMARD, FRANCK;
GABIOT, PIERRE;
BRENON, ROMAIN y
LAMOISE, MICHEL**

74 Agente/Representante:

VEIGA SERRANO, Mikel

Observaciones :

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 635 390 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

Método de preparación de un producto almibarado que comprende vitaminas

5 Sector de la técnica

La presente invención se refiere a un método de preparación de un producto almibarado que comprende vitaminas. La mayor parte, incluso la totalidad de las etapas del método se realizan en atmósfera inerte. Además, el producto almibarado se desoxigena totalmente antes de su envasado con el fin de tener una tasa de oxígeno disuelto en el producto almibarado inexistente, lo que permite evitar la degradación de las vitaminas durante la preparación del producto almibarado, durante su almacenamiento una vez envasado, e incluso después de un primer consumo del producto por el usuario.

Estado de la técnica

Se supone que una alimentación sana y equilibrada permite satisfacer los aportes diarios recomendados (AJR) en cuestión de vitaminas y minerales. Sin embargo, el modo de alimentación moderna en ocasiones puede conllevar ciertas carencias alimentarias.

Las vitaminas, en dosis que varían del microgramo a varios miligramos al día, son necesarias para el metabolismo de los organismos vivos y en particular el del ser humano. Sin embargo el organismo por lo general no puede sintetizarlas en las cantidades recomendadas para satisfacer las necesidades diarias. En el ser humano, solamente tres vitaminas son sintetizadas por bacterias intestinales: las vitaminas K, B8 y B12.

Un aporte insuficiente o una ausencia de vitamina provoca respectivamente una hipovitaminosis o una avitaminosis que pueden ser la causa de diversas enfermedades (escorbuto, beriberi, raquitismo, etc).

Además, las vitaminas desempeñan un papel primordial en el crecimiento y el desarrollo del niño. Por lo tanto, se demuestra que las vitaminas liposolubles (tales como las vitaminas A, E o K), y más preferentemente la vitamina D, son indispensables en la infancia y en la adolescencia.

La vitamina D desempeña un papel esencial en la absorción intestinal de calcio y la mineralización del esqueleto. Se puede demostrar que esta necesidad de vitamina D es necesaria para el niño sobre todo cuando éste vive en regiones que presentan poca luz solar, y esto incluso durante el invierno.

Con respecto a las vitaminas hidrosolubles, las vitaminas C y B1 son particularmente importantes tanto para niños pequeños como para adolescentes o adultos.

Por lo tanto a menudo es necesario proporcionar, por medio de suplementos alimentarios, diferentes asociaciones de vitaminas en una forma concentrada con el fin de complementar el régimen de alimentación de un individuo.

La formulación de suplementos alimentarios de vitaminas, sin embargo, se encuentra con el problema de la gran inestabilidad de las vitaminas con respecto al oxígeno, la temperatura, el pH o incluso la luz.

Por lo tanto, los suplementos alimentarios de vitaminas se formulan la forma más habitual en forma de cápsulas para que las vitaminas no estén en contacto directo con el oxígeno del aire, tales como cápsulas comercializadas por la compañía Nycomed® con la denominación Dynatonic®.

Sin embargo es deseable proporcionar formulaciones de vitaminas en forma líquida, en particular, de producto almibarado, más fáciles de administrar, especialmente en el caso de los niños.

Ya se han propuesto productos almibarados que comprenden vitaminas. Sin embargo, para compensar la degradación de las vitaminas en contacto con el oxígeno, hasta ahora ha sido necesario introducir las vitaminas en una cantidad inicial mayor que la que en realidad se encuentra efectivamente en el producto final, es decir, emplear la técnica de sobredosificación inicial de productos de vitaminas con el fin de obtener un producto almibarado que presente una proporción de vitaminas individual y/o global de aproximadamente un 100 %.

Por proporción de vitaminas individual, se hace referencia, en el sentido de la presente invención, a la proporción de la cantidad de una vitamina introducida con respecto a la cantidad de dicho vitamina encontrada al final del método. Se calcula de forma individual para cada una de las vitaminas introducidas de acuerdo con la invención.

Por proporción de vitaminas global, se hace referencia, en el sentido de la presente invención, a la proporción de la cantidad introducida de todas las vitaminas con respecto a la cantidad de dichas vitaminas encontradas al final del método. Esta proporción se calcula a partir de todas las vitaminas introducidas de acuerdo con la invención.

Además, la degradación de las vitaminas tiende a continuar durante el período de conservación del producto

almibarado en su envasado. La sobredosificación de las vitaminas y el periodo de duración limitado del producto generan un coste adicional significativo para los productos de vitaminas en forma líquida, lo que los hace poco rentables a nivel industrial.

5 El documento de patente EP 1 320 356 describió un método de preparación de un jarabe que comprende vitaminas que tienen un periodo de duración largo. El jarabe se presenta en forma de una emulsión de aceite en agua preparada por mezcla de una fase acuosa que contiene vitaminas hidrosolubles, un agente edificante y un agente espesante, con una fase de oleosa que contiene las vitaminas liposolubles y un tensioactivo. Las vitaminas liposolubles se encuentran en el interior de las partículas de aceite dispersas en la fase continua acuosa y de ese modo se protegen con respecto a la oxidación por el aire. Cuando el jarabe también contiene vitaminas hidrosolubles, éstas se encuentran en el interior de gotitas de agua comprendidas en las partículas de aceite dispersas en la fase acuosa, lo que da como resultado una emulsión de agua en aceite en agua que puede plantear problemas de estabilidad durante el almacenamiento durante el método de fabricación y además después del envasado de dicho producto, y esto incluso más después de una primera utilización del producto por el consumidor. En la presente solicitud, el problema de las pérdidas de vitaminas desde el inicio del método de fabricación del jarabe no se resuelve más que con una sobredosificación de vitaminas al principio del método y esto, con el fin de obtener una proporción de vitaminas global de aproximadamente un 100 % al final del método. Por lo tanto, este documento no conlleva ninguna solución al problema de sobredosificación de materias primas inestables en un método de fabricación de un producto almibarado de calidad farmacéutica.

20 Por lo tanto existe una necesidad real en la realización de un nuevo método de fabricación de un producto almibarado que comprende vitaminas y que presenta una buena estabilidad durante su almacenamiento sin sobredosificación de la cantidad de vitaminas en el momento de su introducción en el método y que permita obtener una proporción de vitaminas individual y/o global óptima al final del método.

25 **Objeto de la invención**

La solicitante encontró que era posible obtener un método de fabricación de un producto almibarado sencillo y económico que permitiera optimizar la cantidad de vitaminas introducidas como materias primas que previene y además evita su degradación en el transcurso de la preparación y en el producto final envasado.

Por lo tanto la invención tiene como objeto un método de preparación de un producto almibarado que comprende, en un medio farmacéuticamente aceptable, vitaminas, comprendiendo dicho método las siguientes etapas:

- 35 a) inertizar todos los aparatos usados en el método
 b) introducir en dichos aparatos, un jarabe de azúcar y/o un derivado de azúcar elegido entre fibras solubles a base de dextrina y polioles e introducir las vitaminas en atmósfera inerte;
 c) añadir glucosa deshidratada y desoxigenada en atmósfera inerte;
 40 d) desoxigenar el producto almibarado formado de ese modo;
 e) envasar en atmósfera inerte el producto almibarado.

La invención también tiene como objeto, de acuerdo con otro aspecto, un método de preparación de un producto almibarado que comprende, en un medio farmacéuticamente aceptable, vitaminas, comprendiendo dicho método las siguientes etapas:

- 45 a) inertizar todos los aparatos usados en el método
 b) introducir en dichos aparatos, un jarabe de azúcar y/o un derivado de azúcar e introducir las vitaminas en atmósfera inerte;
 c) opcionalmente añadir glucosa deshidratada y desoxigenada en atmósfera inerte;
 50 d) desoxigenar el producto almibarado formado de ese modo;
 e) envasar en atmósfera inerte el producto almibarado.

Por medio farmacéuticamente aceptable, se hace referencia, en el sentido de la presente invención, a un medio que es compatible con una administración oral del producto almibarado. El medio farmacéuticamente aceptable puede comprender en particular agua. De acuerdo con un modo de realización preferente, el medio farmacéuticamente aceptable no comprende ningún otro disolvente más que agua, previamente purificada y desoxigenada.

Por jarabe de azúcar, se hace referencia, en el sentido de la presente invención, a una solución de azúcar en agua desmineralizada. Por azúcar, se hace referencia a cualquier monosacárido tal, en particular glucosa, dextrosa, fructosa, galactosa, manosa, o cualquier disacárido tal como sacarosa (también denominada sucrosa), lactosa o maltosa, que proporcionan un sabor azucarado al alimento en el que se introducen. En el jarabe de azúcar utilizado en el método de acuerdo con la invención, la cantidad de azúcar, en particular de sacarosa, puede variar en particular de un 65 % a un 70 % en peso con respecto al peso total del jarabe de azúcar, de preferencia de un 66,5 % a un 67,5 %, y más preferentemente del orden de un 67 %.

65 Por «derivado de azúcar», se hace referencia a cualquier sustancia sintética o natural cuyo poder edulcorante es

comparable o más elevado que el de la sacarosa. El derivado de azúcar también puede ser un edulcorante que presente, con respecto al azúcar, un poder cariogénico bajo, un valor calórico reducido y un beneficio para la salud para los sujetos diabéticos.

5 Por producto almibarado, se hace referencia, en el sentido de la presente solicitud, a un producto a base de jarabe de azúcar y/o de derivado de azúcar, pudiendo además dicho producto almibarado comprender cualquier otro compuesto, tal como en particular vitaminas. El producto almibarado presenta en particular una descosida superior a la del agua, pero permanece fluido y en particular puede fluir bajo su propio peso.

10 Por vitaminas, en el sentido de la presente invención se hace referencia a moléculas orgánicas necesarias para el crecimiento y el buen funcionamiento del organismo de los seres vivos. Las vitaminas de forma clásica se dividen en dos categorías en función de su solubilidad: vitaminas hidrosolubles y vitaminas liposolubles.

15 Los ejemplos de vitaminas hidrosolubles presentes en el producto almibarado preparado de acuerdo con la invención son en particular: vitamina B1 (tiamina), vitamina B2 (riboflavina), vitamina B3 (ácido nicotínico) también denominada vitamina PP (Preventiva de Pelagra), vitamina B5 (ácido pantoténico), vitamina B6 (piridoxina), vitamina B8 o H (biotina), vitamina B9 (ácido fólico), vitamina B12 (cobalamina) y vitamina C (ácido ascórbico).

20 Los ejemplos de vitaminas liposolubles presentes en el producto almibarado preparado de acuerdo con la invención son en particular: vitamina A (retinol), vitamina D3 (colecalciferol), vitamina E (mezcla de tocoferoles y de tocotrienoles) y vitamina K (filoquinona).

25 Por glucosa deshidratada se hace referencia, en el sentido de la presente invención, a un polvo de glucosa que tiene un contenido de agua inferior a un 10 %, de preferencia inferior a un 5 %.

Descripción de la figura

La figura 1 ilustra, de forma esquemática, el método de acuerdo con la presente invención.

Descripción detallada de la invención

Inertización de los aparatos

35 El método de acuerdo con la invención comprende una etapa a) de inertización sería de todos los aparatos usados en la preparación del producto almibarado.

Por «inertización» se hace referencia, en el sentido de la presente solicitud, a la sustitución del aire contenido en un volumen por un gas inerte.

40 Por «aparatos» se hace referencia, en el sentido de la presente solicitud, a todos los dispositivos mecánicos usados en la realización del método de acuerdo con la presente invención, tal como en particular los diferentes tanques, el dispositivo de transferencia de polvo, la mezcladora estática, la tolva situada hacia arriba del dispositivo de envasado, el dispositivo de envasado o incluso las tuberías.

45 Se debe observar que, a continuación, la inertización de los aparatos se puede mantener, de preferencia, gracias a un burbujeo continuo realizado en cada uno de dichos aparatos.

50 La etapa de inertización de los aparatos usados en el método de acuerdo con la invención tales como los tanques, el dispositivo de transferencia de polvo, la mezcladora estática, el dispositivo de envasado y las canalizaciones permiten editar en particular la degradación de las vitaminas durante el método.

55 La inertización se puede realizar en particular inyectando una sobrepresión de gas inerte en los tanques, el dispositivo de transferencia de polvo, la mezcladora estática, el dispositivo de envasado y las tuberías durante un período de tiempo suficiente al obtener una tasa de oxígeno aceptable.

Por tasa de oxígeno aceptable, se hace referencia, en el sentido de la presente invención, a una tasa de oxígeno comprendido entre un 0 % y un 4 % en volumen de oxígeno con respecto al volumen de producto, de preferencia entre un 0 % y un 2 % en volumen y más preferentemente inferior a un 0,1 % en volumen.

60 La tasa de oxígeno se puede controlar en particular en los tanques y las tuberías mediante una sonda colocada en dichos tanques y tuberías.

En particular, la tasa de oxígeno se mide con una sonda InPro 6850i de METTLER, de acuerdo con los parámetros convencionales proporcionados por el fabricante.

65 La inyección de gas inerte en los aparatos, en particular en los tanques y las tuberías, se puede realizar en particular

a una presión que varía de 10 kPa a 1200 kPa, de preferencia de 20 kPa a 500 kPa, y más preferentemente incluso del orden de 45 kPa.

5 La inyección de gas inerte en los aparatos, en particular en los tanques y las tuberías, se puede realizar en particular durante un periodo de tiempo que varía de 100 segundos a 1000 segundos, de preferencia de 200 segundos a 800 segundos, y más preferentemente de 300 segundos a 600 segundos.

El gas inerte, sin oxígeno, inyectado, puede ser en particular nitrógeno o dióxido de carbono, de preferencia el gas inerte es nitrógeno.

10 Introducción del jarabe de azúcar y/o un derivado de azúcar y vitaminas

15 El método de acuerdo con la invención comprende una etapa b) de introducción del jarabe de azúcar y/o un derivado de azúcar elegido entre fibras solubles a base de dextrina y polioles y la introducción de las vitaminas. De acuerdo con un modo de realización preferente, el jarabe de azúcar es un jarabe a base de sacarosa.

20 Por fibras solubles a base de dextrina, en el sentido de la presente invención se hace referencia a cualquier residuo parcialmente hidrolizado obtenido a partir de un método de calentamiento en presencia de un compuesto ácido de calidad alimentaria, almidón de trigo o de maíz, y que se presenta en forma de fibras solubles. Estas fibras encuentran introducidas en el método objeto de la invención en forma de polvo. Por ejemplo este compuesto se pueden encontrar comercializado con la denominación Nutriose® FB por la compañía Roquette.

Los polioles se pueden elegir de manera no limitante entre maltitol, manitol, sorbitol, xilitol o isomalt.

25 De preferencia, el poliol es el maltitol, por ejemplo, comercializado por la compañía Roquette con la marca Lycasin®.

30 De acuerdo con otro modo preferente de realización, el poliol puede ser el sorbitol. El sorbitol se puede introducir en el método objeto de la presente invención en forma de polvo y además presenta buenas propiedades humectantes y estabilizantes además de su poder edulcorante. Por encuentro se encuentra comercializado bajo la denominación Neosorb® por la compañía Roquette.

Cuando el poliol se introduce en forma de polvo, de preferencia se introduce jarabe de azúcar con el poliol para obtener el producto final almibarado.

35 La cantidad de fibras solubles a base de dextrina, o de polioles en particular puede estar comprendida entre un 5 % y un 20 % con respecto al peso total del producto almibarado final obtenido. Preferentemente, la cantidad de fibras solubles a base de dextrina, o de polioles está comprendida entre un 7 % y un 16 % con respecto al peso total del producto almibarado final obtenido.

40 La introducción del jarabe de azúcar y/o del derivado de azúcar y de las vitaminas se realiza en atmósfera inerte con el fin de limitar la cantidad de oxígeno disuelto en la mezcla que comprende el jarabe de azúcar y las vitaminas.

45 Por introducción en atmósfera inerte, se hace referencia, en el sentido de la presente invención, a que los aparatos, en particular el tanque en el que se introducen los componentes del producto almibarado, están equipados con una entrada de gas inerte en la parte inferior del tanque, por medio, por ejemplo una cánula sumergible de frita de acero inoxidable, lo que permite realizar un burbujeo de gas inerte en el contenido del tanque.

50 De acuerdo con un modo de realización preferente, el burbujeo se puede realizar en particular con un caudal que varía de 0,1 Nm³/h a 10 Nm³/h, de preferencia de 2 Nm³/h a 8 Nm³/h, e incluso más preferentemente del orden de 4,5 Nm³/h.

De acuerdo con otro modo de realización preferente, el burbujeo se puede realizar en particular con una presión que varía de 10 kPa a 100 kPa, de preferencia de 30 a 70 kPa y más preferentemente incluso del orden de 45 kPa.

55 En primer lugar se introduce el jarabe de azúcar y/o el derivado de azúcar en el tanque principal de preparación.

60 De acuerdo con un modo de realización preferente el jarabe de azúcar se introduce a través de la parte superior del tanque y el derivado de azúcar se introduce por aspiración en la parte inferior del tanque. En este último caso, el tanque está equipado de forma ventajosa con una bomba de vacío que permite realizar el vacío en el tanque y aspirar el derivado de azúcar.

65 Con el fin de disminuir incluso la tasa de oxígeno disuelto en el jarabe de azúcar y/o el derivado de azúcar, el azúcar y/o el derivado de azúcar se pueden mantener preferentemente en agitación y burbujeo de un gas inerte durante un periodo de duración que varía de 1 a 6 horas, de preferencia de 2 a 5 h, y más preferentemente de 4 h.

De acuerdo con un modo de realización preferente, el jarabe de azúcar y/o el derivado de azúcar se puede calentar

a una temperatura que no supere en particular los 50 °C. De hecho, a una temperatura que supere los 50 °C, las vitaminas liposolubles experimentarían una degradación inmediata durante su introducción en el jarabe de azúcar y/o el derivado de azúcar.

5 El pH del jarabe de azúcar y/o del derivado de azúcar, de preferencia, se puede ajustar entre 8 y 10, más preferentemente entre 8,5 y 9,5, y en particular a aproximadamente 9, por ejemplo introduciendo una base tal como hidróxido sódico. Por una parte el ajuste del pH permite la estabilización y la protección del producto almibarado intermedio formado en esta etapa, y además la conservación de las vitaminas liposolubles introducidas en el jarabe de azúcar y/o el derivado de azúcar.

10 De hecho, estas vitaminas liposolubles se deben encontrar en un medio básico en el momento de su introducción. En el caso contrario, su degradación se ve favorecida.

Por lo tanto, las vitaminas se introducen a continuación en el jarabe de azúcar y/o el derivado de azúcar.

15 De acuerdo con un modo de realización preferente, se realiza una introducción secuencial de las vitaminas en el jarabe de azúcar y/o el derivado de azúcar, es decir, que en primer lugar se introducen las vitaminas liposolubles y entonces se introducen a continuación las vitaminas hidrosolubles.

20 De acuerdo con otro modo de realización preferente, las vitaminas liposolubles se dispersan previamente con un tensioactivo, tal como en particular un tensioactivo de aceite en agua, de origen químico, o natural tal como un monoglicérido, un diglicérido, un sucroéster un fosfolípido o incluso un polisacárido, como por ejemplo galactomanano, pectina, caseína, goma arábiga o incluso gelatina, antes de su introducción en el jarabe de azúcar y/o el derivado de azúcar. Esta operación permite facilitar la emulsión de las vitaminas liposolubles con el jarabe de azúcar. De hecho, el tensioactivo posee un papel iniciador en la creación de la emulsión de vitaminas global.

Se debe observar que esta preparación también favorecerá la homogeneización de las vitaminas liposolubles con las vitaminas hidrosolubles, una vez que estas últimas se han añadido a la mezcla.

30 Como se ha descrito anteriormente, las vitaminas son sensibles al calor y limitar la temperatura de calentamiento permite evitar su degradación durante el método. Por lo tanto, un calentamiento de la emulsión previa a una temperatura inferior a 50 °C, pero superior a 35 °C, permite una buena homogeneización de la mezcla sin degradar las vitaminas liposolubles.

35 Para no perder ninguna de las vitaminas introducidas, en particular se puede proceder al aclarado del tanque que contiene la emulsión previa después de que su transferencia al jarabe de azúcar y/o el derivado de azúcar. El aclarado se puede realizar en particular con agua, de preferencia agua purificada y desoxigenada, y esto siempre a una temperatura que no supere los 50 °C.

40 Una vez que la mezcla de jarabe de azúcar y/o derivado de azúcar y vitaminas liposolubles es homogénea, se puede proceder a la introducción de las vitaminas hidrosolubles.

La temperatura de la mezcla en la que se introducen las vitaminas hidrosolubles también se puede disminuir a una temperatura que no supere los 35 °C. Esta temperatura de calentamiento baja permite no degradar las vitaminas hidrosolubles sensibles al calor, en particular por encima de los 35 °C.

45 Para no perder vitaminas, los recipientes que contienen las vitaminas se pueden aclarar, en particular con agua, de preferencia con agua desoxigenada y purificada, e incluso caliente, pero a una temperatura que no supere los 35 °C.

50 De acuerdo con un modo de realización de la presente invención muy particular, también se puede concebir la introducción de las vitaminas en el método en forma de una mezcla previa de las vitaminas liposolubles e hidrosolubles. Esta mezcla previa de forma ventajosa posee todas las propiedades de la introducción secuencial de las vitaminas, es decir, en particular una ausencia de degradación de estas últimas y una capacidad de emulsión de buena calidad. Esta mezcla previa se comercializa en la compañía Vitablend, por ejemplo.

55 De acuerdo con un modo de realización en particular, en la mezcla que comprende el jarabe de azúcar y/o el derivado de azúcar y las es vitaminas, también se puede introducir un aroma, tal como en particular un aroma de ciruela, con el fin de mejorar el sabor del producto almibarado que comprende vitaminas. El aroma se puede introducir en particular en el jarabe al mismo tiempo que las vitaminas hidrosolubles.

60 Adición de glucosa deshidratada y desoxigenada

El método de acuerdo con la invención puede comprender una etapa c) de adición de glucosa deshidratada.

65 En particular la glucosa deshidratada se puede introducir en el tanque que contiene el jarabe de azúcar y/o el derivado de azúcar y las vitaminas por medio de un sistema de transferencia del azúcar deshidratado puesto en

desoxigenación permanente, es decir, un aparato capaz de transferir la glucosa deshidratada en el tanque sin introducir oxígeno en el mismo.

5 De acuerdo con un modo de realización preferente, la glucosa deshidratada se desoxigena por medio de un aparato que comprende la bomba de vacío, permitiendo dicho aparato la introducción de glucosa en el tanque a continuación mediante una sobrepresión de gas inerte, tal como en particular de nitrógeno.

10 Un aparato de este tipo se describe en particular en el documento de Patente de Estados Unidos N.º 6 325 572 y está comercializado por la compañía Dietrich Engineering Consultants con la denominación PTS®.

15 Este tipo de aparato funciona mediante la creación de vacío en el cuerpo de dicho aparato de transferencia, a continuación el llenado con el polvo de interés, es decir, glucosa deshidratada y desoxigenada. Por último, al utilizar el diferencial de presión entre el interior de este aparato colocado bajo presión de nitrógeno y el tanque del presente método al que se encuentra unido, la glucosa deshidratada y desoxigenada se libera al interior del tanque de dicho método.

Desoxigenación del producto almibarado

20 Una vez que se han mezclado los diferentes componentes del producto almibarado preparado con el método de acuerdo con la invención, el método de acuerdo con la invención comprende una etapa d) de desoxigenación del producto almibarado formado de este modo, con el fin de obtener una tasa de oxígeno lo más baja posible, de preferencia nula, antes de la etapa de envasado.

25 La etapa de desoxigenación del producto almibarado se puede realizar en particular en una mezcladora estática, por ejemplo una mezcladora estática vendida con la denominación comercial SMV® por la compañía Sulzer.

Por mezcladora estática, se hace referencia, en el sentido de la presente invención, a un depósito que comprende hélices de palas invertidas, en el que se inyecta un gas inerte, sometiendo a turbulencia al líquido a desoxigenar.

30 Estas hélices de palas invertidas permiten aumentar el tiempo de paso de dicho líquido en la mezcladora estática y aseguran una mezcla en régimen turbulento del líquido mezclado con gas inerte. Cuanto mayor es el número de hélices de palas invertidas, más turbulento es el régimen y la desoxigenación se hace más eficaz.

35 De acuerdo con un modo de realización preferente, la mezcladora estática funciona con un caudal de gas inerte que varía de 0,1 a 20 Nm³/h, de preferencia de 1 a 10 Nm³/h, y más preferentemente incluso del orden de 8,5 Nm³/h.

40 De acuerdo con otro modo de realización preferente, la mezcladora estática funciona con una presión de gas inerte que varía de 10 kPa a 1200 kPa, de preferencia de 20 kPa a 500 kPa y más preferentemente incluso del orden de 45 kPa.

45 De acuerdo con otro modo de realización preferente, la mezcladora estática presenta una longitud de 1 m y un diámetro de 50 cm. En función del caudal y de la viscosidad del líquido inyectado en esta mezcladora, las dimensiones de la mezcladora estática y el número de hélice de palas invertidas se pueden modificar en consecuencia.

A la salida de la mezcladora estática, el líquido está saturado con microburbujas de gas inerte y ya no contiene oxígeno disuelto.

50 La tasa de oxígeno disuelto se puede controlar con una sonda de oxígeno tal como se ha descrito anteriormente.

La tasa de oxígeno disuelto en el producto almibarado después de la etapa de desoxigenación en particular puede tener un valor que varía de 0 a 0,4 ppm, de preferencia de 0 a 0,2 ppm y más preferentemente incluso de 0 a 0,1 ppm.

Envasado del producto almibarado

La última etapa del método de acuerdo con la invención es el envasado del producto almibarado en frascos individuales.

60 De acuerdo con un modo de realización preferente, el producto almibarado obtenido con el método de acuerdo con la presente invención se envasa en frascos de tipo « aerosoles ».

El producto almibarado se puede enviar hacia los frascos de envasado por medio de una tolva, conectada a la mezcladora estática y a dichos frascos mediante tuberías.

65 Por tolva, se hace referencia a, en el sentido de la presente invención, un embudo impermeable, de forma cónica

que desempeña un papel de depósito de tampón mecánico, que permite regular el caudal del líquido.

El volumen de producto almibarado introducido en cada frasco se puede controlar en particular mediante la utilización de un sistema de dosificación, tal como por ejemplo una bomba volumétrica, un sistema ponderal, un sistema óptico o incluso un sistema de tiempo-presión.

La etapa de envasado del método de acuerdo con la invención se realiza en atmósfera inerte. Por lo tanto, las dos tuberías alrededor de las tolva y la propia tolva se inertizan antes de el paso del producto almibarado.

En particular, los frascos en los que se envasa el producto almibarado se inertizan antes de su llenado mediante inyección de un gas inerte.

De acuerdo con un modo de realización preferente el gas inerte se inyecta con una presión que varía de 10 a 500 kPa, de preferencia de 50 a 200 kPa y más preferentemente incluso del orden de 100 kPa.

De acuerdo con otro modo de realización preferente, el gas inerte se inyecta durante un periodo de tiempo que varía de 10 a 2000 milisegundos, de preferencia de 50 a 500 milisegundos y más preferentemente incluso del orden de 100 milisegundos.

Se debe observar que el método de acuerdo con la invención permite una conservación óptima del producto almibarado. En particular, cuando el producto se envasa en forma de aerosoles, se mantiene una conservación óptima incluso cuando el producto ya se ha abierto una primera vez. De hecho, la forma de aerosol de dicho frasco combinada con la presencia de nitrógeno que se encuentra en la parte aérea del frasco, permiten una conservación del producto almibarado incluso cuando el usuario ya ha comenzado a consumir una parte de dicho producto almibarado contenido en dicho frasco. Este tipo de frasco se puede denominar frasco presurizado.

En esta etapa, se calcular lo que la solicitante denominará proporción de vitaminas individual y la proporción de vitaminas global.

De acuerdo con un modo de realización preferente, la proporción de vitaminas individual puede ser en particular superior a un 95 %, de preferencia superior a un 98 %, y más preferentemente superior a un 98,6 %.

De acuerdo con un modo de realización más preferente, la proporción de vitaminas global puede ser en particular superior a un 98 %, de preferencia superior a un 99 %, y más preferentemente superior o igual a un 99,3 %. En particular, el experto en la materia se preocupará de la elección de las vitaminas que presenten proporciones de vitaminas suficientemente elevadas para permitir la obtención de la proporción de vitaminas global deseada.

Almacenaje intermedio del producto almibarado

Entre la etapa de desoxigenación del producto almibarado y la etapa de envasado, se puede concebir una etapa intermedia de almacenamiento del producto almibarado en un tanque.

Con el fin de mantener al mínimo la tasa de oxígeno disuelto en el producto almibarado, la etapa intermedia de almacenamiento del producto almibarado en un tanque se realiza en atmósfera inerte y el producto almibarado se mantiene con agitación.

En particular, el tanque de almacenamiento se puede inertizar antes de la transferencia del producto almibarado en dicho tanque. Una vez que el producto almibarado se transfiere al tanque de almacenamiento, éste se puede mantener en atmósfera inerte mediante burbujeo de un gas inerte.

De acuerdo con un modo de realización preferente, el burbujeo se realiza con un caudal que varía de 0,1 a 20 Nm³/h, de preferencia de 1 a 10 Nm³/h, y más preferentemente incluso del orden de 2 Nm³/h.

De acuerdo con otro modo de realización preferente, el burbujeo se realiza con una presión que varía de 10 kPa a 1200 kPa, de preferencia de 20 kPa a 500 kPa y más preferentemente incluso del orden de 45 kPa.

De acuerdo con otro modo de realización de la invención, este puede consistir en un frasco presurizado que comprende un producto almibarado susceptible de obtención directamente con el método objeto de la invención.

De acuerdo con este otro modo de realización de la invención, el frasco presurizado puede ser de tipo aerosol que comprende un producto almibarado susceptible de obtención directamente con el método objeto de la presente invención y caracterizado por que la proporción de vitaminas global de dicho producto almibarado es superior o igual a un 99,3 %.

La invención se ilustra con más detalles con la ayuda de los ejemplos que siguen a continuación que se proporcionan simplemente a modo ilustrativo y no limitante.

Ejemplos

Ejemplo 1: Elementos del método usado

5 Se realiza un método de acuerdo con la Figura 1 que comprende los siguientes elementos: un tanque de preparación principal (CP1) y un tanque de preparación secundaria (CP2) que están conectados mediante una tubería. Estos dos tanques de preparación se utilizan para realizar la mezcla de los diferentes componentes del producto almibarado. Estos dos tanques se calientan gracias a dos envolturas dobles en las que, en el interior de este espacio confinado, circula un líquido termoportador (del tipo agua o incluso aceite). Cada uno de los dos
 10 tanques de preparaciones está equipado con una entrada de gas inerte con el fin de realizar la inertización de los tanques y una cánula de fritada de acero inoxidable en la parte inferior del tanque que permite realizar un burbujeo de gas inerte en el contenido de los tanques. Los dos tanques de preparación también están equipados con elementos móviles de agitación, del tipo pala con hélice o incluso turbina, con el fin de poder mezclar el contenido de los tanques. El tanque de preparación principal también está equipado con un aparato de transferencia de polvo comercializado por la compañía Dietrich Engineering Consultants con el fin de introducir la glucosa deshidratada en el tanque sin hacer entrar oxígeno en el mismo. El tanque de preparación principal también comprende una entrada de agua, siendo el agua previamente purificada y desoxigenada con un intercambiador estático. El tanque de preparación principal está conectado a una mezcladora estática mediante una tubería. La mezcladora estática se vende con la denominación comercial SMV® en la compañía SULZER, tiene una longitud de 1 m y un diámetro de
 20 50 cm. Está equipada con la entrada de gas inerte. La mezcladora estática está conectada a un tanque de almacenamiento (CS) mediante una tubería. El tanque de almacenamiento está equipado con una entrada de gas inerte con el fin de inertizar el tanque y con una cánula de fritada de acero inoxidable en la parte inferior del tanque que permite realizar un burbujeo de gas inerte en el contenido del tanque. El tanque de almacenamiento también está equipado con una turbina o una pala de hélice, con el fin de poder mezclar el contenido del tanque. El tanque de almacenamiento está conectado a la estación de envasado mediante una tubería. La estación de envasado comprende una tolva y una máquina de llenado de frascos que están interconectados por un tubo. El sistema de dosificación, es decir, una bomba volumétrica, permite regular el caudal del líquido que llega a la máquina de llenado de los frascos. La máquina de llenado de los frascos está equipada con un embudo que se ajusta a los cuellos de los frascos y también los puede inertizar, llenarlos con el producto almibarado que comprende vitaminas y mantenerlos en una atmósfera inerte hasta que se cierren, y además después de la apertura del producto consumible, en particular durante una utilización diaria por el consumidor.

Ejemplo 2: Preparación de un producto almibarado con el método de acuerdo con la invención

35 En el método de preparación del producto almibarado de acuerdo con la invención, se utilizan las siguientes cantidades de materias primas:

COMPONENTES	CANTIDADES (en Kg)
Jarabe de azúcar	2 000
Hidróxido sódico	12,5
Ácido ascórbico	3
Montanox 80	12,2
Vitamina A	0,350
Vitamina E	3,6
Aroma	0,2
Vitamina B6	0,35
Vitamina B3	3,2
Vitamina B2	0,360
Vitamina B5	1,1
Glucosa deshidratada	184
Agua purificada	csp. 2 600

El método se descompone de acuerdo con las siguientes etapas:

- 40
- los dos tanques de preparación (CP1 y CP2) y la tubería que los conecta se inertizan con una sobrepresión de gas inerte a 40 kPa durante 30 s.;
 - el jarabe de azúcar se introduce en el tanque de preparación principal (CP1);

ES 2 635 390 T3

- el jarabe de azúcar se deja en agitación y con burbujeo de nitrógeno con una presión de 40 kPa y un caudal de 4 Nm³/h durante 4 horas;
- el jarabe de azúcar se calienta a 50 °C con la ayuda de dos revestimientos dobles que rodean al tanque CP1;
- el pH del jarabe de azúcar se ajusta a 9,5 introduciendo hidróxido sódico y ácido ascórbico;
- 5 - el tanque de preparación secundario (CP2) se calienta previamente a 50 °C con la ayuda de dos revestimientos dobles que rodean al tanque CP2;
- en el tanque de preparación secundario (CP2) se introduce el Montanox 80 y las siguientes vitaminas liposolubles: vitamina A, vitamina D3, vitamina E;
- la mezcla del tanque CP2 se deja en agitación a 50 °C y con burbujeo de nitrógeno durante 60 minutos;
- 10 - el contenido del tanque CP2 se transfiere al tanque CP1 mediante la tubería que los conecta;
- el tanque CP2 se aclara varias veces con agua a 50 °C previamente purificada y desoxigenada la continuación el agua de aclarado se transfiere al tanque CP1 mediante la tubería que conecta CP2 con CP1;
- el contenido del tanque CP1 se deja en agitación a 50 °C y con burbujeo de nitrógeno durante 60 minutos;
- la temperatura del contenido del tanque CP1 se reduce a 35 °C;
- 15 - en el tanque CP1 se introduce en las siguientes vitaminas hidrosolubles: vitamina B1, vitamina B2, vitamina B3, vitamina B5, vitamina B6, vitamina B8, vitamina B12, vitamina C así como el aroma de ciruela;
- los depósitos que contienen las vitaminas se aclaran con agua purificada y el agua de aclarado se añade en el tanque CP1;
- el contenido del tanque CP1 se deja en agitación a 35 °C y con burbujeo de nitrógeno durante 120 minutos;
- 20 - la glucosa deshidratada se introduce en el tanque CP1 con el sistema de transferencia de polvo;
- en el tanque CP1 se introduce agua purificada y desoxigenada;
- el contenido del tanque CP1 se deja en agitación a 35 °C y con burbujeo de nitrógeno durante 60 minutos;
- la tubería entre el tanque CP1 y el tanque de almacenamiento se inertizan, y el tanque de almacenamiento se inertiza con una presión de nitrógeno de 40 kPa y un caudal de 1 Nm³/h durante 300 segundos;
- 25 - el contenido del tanque CP1 se transfiere al tanque de almacenamiento pasando por la mezcladora en la que se inyecta el nitrógeno a contrasentido del paso del líquido con una presión de 40 kPa y un caudal de 8 Nm³/h;
- el producto almibarado que se acumula de forma progresiva en el tanque de almacenamiento se mantiene en agitación a 150 rpm y con burbujeo de nitrógeno con una presión de 40 kPa y un caudal de 2 Nm³/h;
- las tuberías entre el tanque de almacenamiento y la máquina de llenado de los frascos, así como la tolva de
- 30 envasado se inertizan con el nitrógeno a una presión de 30 kPa durante 600 segundos;
- el producto almibarado se transfiere hacia la tolva de envasado y el contenido se mantiene bajo una presión de nitrógeno a 20 kPa;
- el producto almibarado se transfiere, progresiva hacia la máquina de llenado de los frascos;
- los frascos se inertizan con el nitrógeno a 100 kPa durante 100 milisegundos de continuación se rellenan con un
- 35 volumen de producto almibarado dosificado por una bomba volumétrica y se mantienen en atmósfera de nitrógeno hasta que se cierran con una válvula engrazada.

Se toma al azar uno de los frascos producidos y se dosifican las vitaminas contenidas en este frasco. Los rendimientos se calculan dividiendo la cantidad real de vitaminas que está contenida en el frasco entre la cantidad de vitaminas teórica que se debería encontrar en el frasco, y multiplicando el resultado por 100. Los rendimientos se reagrupan en la siguiente tabla:

VITAMINAS	RENDIMIENTO
Vitamina A	100 %
Vitamina B2	98,6 %
Vitamina B3	98,8 %
Vitamina B5	100 %
Vitamina B6	98,6 %
Vitamina E	100 %
Conjunto de las vitaminas	99,3 %

Se observa que las diferentes proporciones de vitaminas individuales son muy buenas ya que están comprendidas entre un 98,6 % y un 100 %.

Lo mismo sucede para la proporción de vitaminas global, ya que ésta es de un 99,3 %.

Por lo tanto, las especificaciones indicadas en los frascos para cada vitamina se respetan sin tener que sobredosificar las vitaminas, lo que permite obtener de ese modo un producto almibarado de vitaminas de calidad farmacéutica.

Se debe observar que este modo de realización en particular del método, objeto de la presente invención, no se

limita en caso alguno a las materias primas usadas a modo de ejemplo mencionadas anteriormente en que se pueden introducir en la realización de dicho producto almibarado. Por lo tanto, cualquier producto que pueda ser ingerido por el ser humano, sensible al oxígeno, o que incluso se pueda presentar en forma de emulsión, se puede integrar en dicha fabricación de dicho producto almibarado, y esto, sin limitarse una cantidad definida. Por ejemplo, es factible introducir en la fabricación sus diversos componentes elegidos entrevistado no limitante que comprende agentes probióticos, sales minerales, hormonas, aminoácidos, ciertos principios activos obtenidos de plantas, alcaloides, agentes conservantes tales como sorbato potásico o incluso antioxidantes. Evidentemente, la introducción de estos compuestos diferentes no tiene ningún efecto en la calidad del producto almibarado obtenido.

10 **Ejemplo 3: Preparación de un producto almibarado con el método de acuerdo con la invención**

De acuerdo con un modo de realización similar al método que se ha descrito en el ejemplo 2, se prepara un producto almibarado que comprende las siguientes cantidades de materias primas:

COMPONENTES	CANTIDADES (en Kg)
Jarabe de azúcar	2 000
Hidróxido sódico	12,5
Ácido ascórbico	3
Montanox 80	12,2
Vitamina C	16
Vitamina D3	0,001
Vitamina A	0,350
Vitamina E	3,6
Aroma	0,2
Vitamina B1	0,247
Vitamina B8	0,01
Vitamina B12	0,55
Vitamina B6	0,35
Vitamina B3	3,2
Vitamina B2	0,360
Vitamina B5	1,1
Glucosa deshidratada	184
Agua purificada	csp. 2 600

15 De acuerdo con el último párrafo del ejemplo 2, de este modo es posible preparar toda una variedad de productos almibarados cuyas materias primas utilizadas así como sus cantidades de introducción durante la realización de dicho método, son completamente variables. Por el contrario, la calidad del producto almibarado obtenido al final del método permanece igual.

20 **Ejemplo 4: Preparación de un producto almibarado con el método de acuerdo con la invención**

De acuerdo con un modo de realización en particular de la invención, se prepara un producto almibarado que comprende las siguientes cantidades de materias primas:

COMPONENTES	CANTIDADES (en Kg)
Jarabe de azúcar	2 000
Hidróxido sódico	12,5
Ácido ascórbico	3
Montanox 80	12,2
Vitamina C	16

ES 2 635 390 T3

COMPONENTES	CANTIDADES (en Kg)
Vitamina D3	0,001
Vitamina A	0,350
Vitamina E	3,6
Aroma	0,2
Vitamina B1	0,247
Vitamina B8	0,01
Vitamina B9	0,06
Vitamina B6	0,35
Vitamina B3	3,2
Vitamina B2	0,360
Vitamina B5	1,1
Sorbato potásico	5,09
Jarabe de maltitol	409
Agua purificada	csp. 2 600

De acuerdo con el último párrafo del ejemplo 2, de este modo es posible preparar toda una variedad de productos almibarados cuyas materias primas utilizadas así como sus cantidades de introducción durante la realización de dicho método, son completamente variables. Por el contrario, la calidad del producto almibarado obtenido al final del método permanece igual.

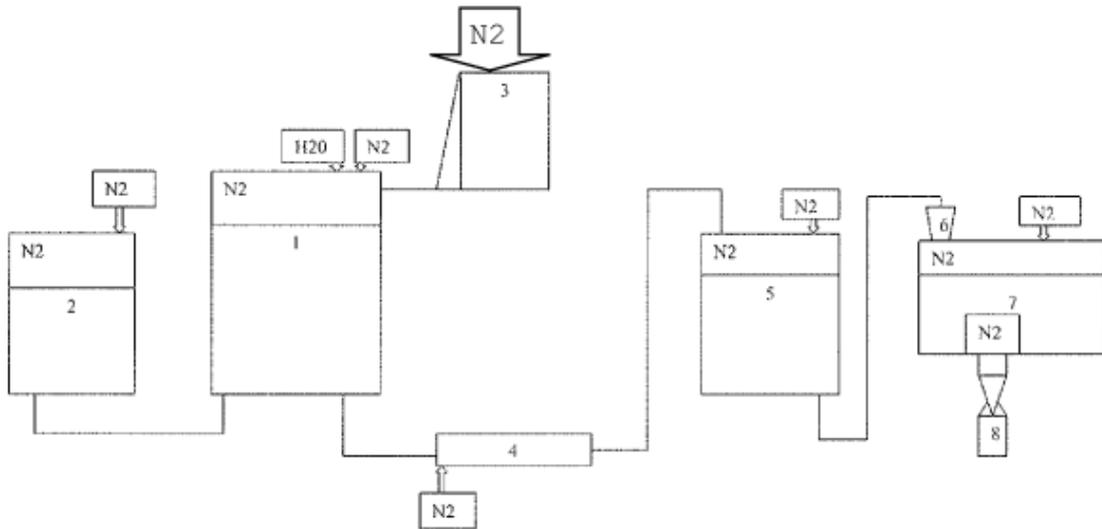
5

REIVINDICACIONES

1. Método de preparación de un producto almibarado que comprende vitaminas, comprendiendo dicho método las siguientes etapas:
- 5 a) inertizar todos los aparatos usados en el método
 b) introducir en dichos aparatos, un jarabe de azúcar y/o un derivado de azúcar elegido entre fibras solubles a base de dextrina y polioles e introducir las vitaminas en atmósfera inerte;
 c) opcionalmente añadir glucosa deshidratada y desoxigenada en atmósfera inerte;
 10 d) desoxigenar el producto almibarado formado de ese modo;
 e) envasar en atmósfera inerte el producto almibarado.
2. Método de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** la introducción de las vitaminas en atmósfera inerte se realiza de forma secuencial.
- 15 3. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado por que** la etapa de introducción de las vitaminas comprende además la introducción de un agente tensioactivo de origen químico o natural elegido entre el listado de gelatinas, pectinas, caseína, gomas arábicas o galactomananos, así como agua previamente purificada y desoxigenada.
- 20 4. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado por que** comprende una etapa intermedia de almacenamiento del producto almibarado en un tanque en atmósfera inerte y con agitación entre las etapas de desoxigenación y de envasado del producto almibarado.
- 25 5. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado por que** la inertización de la atmósfera se realiza en los aparatos usados en el método antes de la introducción de cualquier materia prima, y se mantiene mediante burbujeo de un gas inerte con un caudal que varía de 0,1 a 20 Nm³/h, de preferencia de 2 a 8 Nm³/h, y más preferentemente incluso del orden de 4,5 Nm³/h, y una presión que varía de 10 a 100 kPa, de preferencia de 30 a 70 kPa y más preferentemente incluso del orden de 45 kPa.
- 30 6. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado por que** la glucosa deshidratada se desoxigena por medio de un sistema de transferencia de azúcar deshidratado colocado bajo desoxigenación permanente, permitiendo dicho sistema a continuación la introducción de la glucosa en el tanque.
- 35 7. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado por que** la etapa de desoxigenación del producto almibarado se realiza en una mezcladora estática que funciona con un caudal de gas inerte que varía de 0,1 a 20 Nm³/h, de preferencia de 1 a 10 Nm³/h, y más preferentemente incluso del orden de 8 Nm³/h, y una presión que varía de 10 a 1200 kPa, de preferencia de 20 a 500 kPa y más preferentemente incluso del orden de 45 kPa.
- 40 8. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado por que** la tasa de oxígeno disuelto en el producto almibarado después de la etapa de desoxigenación tiene un valor que varía de 0 a 0,4 ppm, de preferencia de 0 a 0,2 ppm y más preferentemente incluso de 0 a 0,1 ppm.
- 45 9. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado por que** el envasado del producto almibarado se realiza por medio de un sistema de dosificación.
10. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado por que** los frascos en los que se envasa el producto almibarado se inertizan antes de su llenado mediante inyección de un gas inerte con una presión que varía de 10 a 500 kPa, de preferencia de 50 a 200 kPa y más preferentemente incluso del orden de 100 kPa, durante un periodo de tiempo comprendido entre 10 a 2000 milisegundos, de preferencia entre 50 y 500 milisegundos y más preferentemente incluso del orden de 100 milisegundos.
- 50 11. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado por que** el gas inerte es nitrógeno.
- 55 12. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado por que** la proporción de vitaminas individual es superior o igual a un 98,6 %.
- 60 13. Método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado por que** la proporción de vitaminas global es superior o igual a un 99,3 %.
- 65 14. Frasco presurizado que comprende un producto almibarado susceptible de obtención directamente con el método tal como se define de acuerdo con la reivindicación 1.
15. Frasco presurizado que comprende un producto almibarado de acuerdo con la reivindicación 14, **caracterizado**

por que la proporción de vitaminas global de dicho producto almibarado es superior o igual a un 99,3 %.

Figura 1



- 1 = tanque de preparación principal (CP1)
- 2 = tanque de preparación secundario (CP2)
- 3 = dispositivo de transferencia de polvo
- 4 = mezcladora estática
- 5 = tanque de almacenamiento (CS)
- 6 = tolva
- 7 = dispositivo de llenado de los frascos
- 8 = frasco vacío