(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 642 089**

(51) Int. CI.:

A23L 2/39 (2006.01)
A61K 9/16 (2006.01)
A23L 33/15 (2006.01)
A23L 33/155 (2006.01)
A23L 29/219 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.06.1999 E 06009687 (2)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.07.2017 EP 1692948**

(54) Título: **Vitaminas en polvo y su aplicación a las bebidas**

(30) Prioridad:

24.06.1998 US 90508 P

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
15.11.2017

(73) Titular/es:

DSM IP ASSETS B.V. (100.0%)
HET OVERLOON 1
6411 TE HEERLEN, NL

(72) Inventor/es:

CHEN, CHYI-CHENG;
MERGENS, WILLIAM JOSEPH y
MILBANK, MARK CORDES

(74) Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

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

Vitaminas en polvo y su aplicación a las bebidas

La presente invención se refiere a las composiciones en polvo y a las composiciones en emulsión como se definen en las reivindicaciones, útiles para producir bebidas con suplementos minerales asimismo adecuadas para carencias vitamínicas y nutricionales que contienen vitamina E y otras vitaminas solubles en grasa.

Las bebidas deportivas como GATORADE® y aguas con suplementos vitamínicos son bebidas donde la adición de vitaminas tiene un gran interés. También son interesantes aquellas bebidas utilizadas para restaurar los electrolitos perdidos en una diarrea, por ejemplo, Pedialyte®. También tienen su interés las bebidas carbonatadas como el agua de Seltz aromatizada, las bebidas blandas o las bebidas minerales, así como los zumos de frutas y verduras no carbonatados, los ponches y las formas concentradas de estas bebidas. Al suplementar tales bebidas, frecuentemente se desea preservar la claridad óptica de la bebida. Las vitaminas solubles en grasa para suplementar se encuentran disponibles en muchas formas, pero cuando se añaden a las bebidas, tiende a aumentar la turbidez visible. La formación de un anillo, la formación de una capa aislada de vitaminas solubles en grasa en la parte superior del líquido es también un problema que las fórmulas a base de vitaminas no han resuelto. Un medio de adición de vitaminas solubles en grasa a las bebidas sin aumentar la turbidez visible o la formación de un anillo consiste en encapsular las vitaminas en liposomas. Sin embargo, este es un proceso costoso y la concentración de sustancia activa en el liposoma tiende a ser baja.
El documento EP 0 239 086 A2 describe un proceso para la preparación de emulsiones carotenoides finamente divididas que tienen alta fuerza de color y de polvos secos que contienen carotenoides que se obtienen de estas emulsiones y son dispersables en agua fría, usando una mezcla de un éster de un ácido de cadena larga con ácido ascórbico y, como un coloide, un producto de almidón que es soluble en agua fría.
El documento US 5.077.075 describe una mezcla de zumo de frutas adecuada para aplicaciones de envase duro que está esencialmente libre de ingredientes distintos de verduras. Más específicamente, el documento US 5.077.075 se refiere a una mezcla de zumo de frutas para aplicaciones de envase duro que tienen un valor brix de aproximadamente 10 a aproximadamente 35 y generalmente 20 a 30 y que contienen diversas combinaciones de zumos y estabilizantes y especialmente goma xantana en los mismos y que contienen preferentemente en una base en peso seco de frutas de aproximadamente el 35 al 75 por ciento de fructosa, de aproximadamente el 20 al 45 por ciento de glucosa y no más de aproximadamente el 20 por ciento de otros edulcorantes de la clase sacáridos, es decir, esencialmente libre de azúcares refinados y edulcorantes de maíz.

Un objeto de la presente invención es proporcionar una composición en polvo de vitaminas solubles en grasa que se pueda añadir a las bebidas como suplemento nutricional o reconstituyente, sin afectar preferentemente a la claridad óptica de la bebida y sin alterar las propiedades sensoriales de la bebida a la que se añade. En particular, la composición en polvo no da lugar a la formación de un anillo ni aumenta la biodisponibilidad.

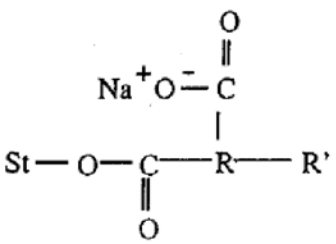
Otro objeto de la presente invención es una composición de emulsión que comprenda una vitamina soluble en grasa, un polisacárido modificado y agua.

Otro objeto de la presente invención son comprimidos que comprendan la composición en polvo de la presente invención. Los comprimidos de la presente invención pueden disolverse en un líquido sin que aparezca el anillo.

Otro objeto de la presente invención son las bebidas, que se conocen como líquidos previstos para consumo humano o animal, que contienen la composición en polvo de esta invención donde las vitaminas solubles en grasa se encuentran presentes como suplemente nutritivo o bien como reconstituyente.

Otro objeto de la presente invención es un método para fabricar la composición en polvo.

En consecuencia, la presente invención se refiere a una composición en polvo que comprende una vitamina soluble en grasa y un polisacárido modificado, cuya composición en polvo comprende gotitas de una vitamina soluble en grasa, que miden por término medio de 70 a 120 nanómetros (nm) en diámetro, y que se dispersan en una matriz de polisacáridos modificada, en la que la cantidad de vitamina soluble en grasa es del 10 al 40 por ciento en peso y en la que el polisacárido modificado es un almidón modificado y el almidón modificado es un compuesto de



Fórmula 1

en la que St es un almidón, R es dimetileno o trimetileno y R' es un grupo alquilo C_5 a C_{18} o un grupo alquenilo C_5 a C_{18}.

Un polvo preferido de esta invención comprende gotitas que miden de aproximadamente 80 a aproximadamente 120 nm de diámetro. El tamaño de gotita preferido es de 100 nm de diámetro.

La composición en polvo puede incluir una única vitamina o más de una vitamina. La vitamina puede estar en forma pura o puede estar en un diluyente tal como un aceite comestible. Las composiciones en polvo de esta invención contienen gotitas de vitamina de un tamaño muy pequeño. Como resultado, las composiciones pueden añadirse a un líquido sin provocar la formación de un anillo. Adicionalmente, puede mejorarse la biodisponibilidad. Además, las composiciones preferidas de esta invención pueden añadirse a un líquido transparente sin aumentar de forma significativa su turbidez.

El polvo de esta invención está formado por partículas de vitamina soluble en grasa dispersada en una matriz de polisacárido modificada. Estas partículas pueden ser de distintos tamaños, pero todas ellas son al menos suficientemente grandes para tener una estructura a través de la cual se distribuirán cada una de las gotitas individuales de la vitamina soluble en grasa, y pueden ser tan grandes como de varios cientos de micrómetros. Las gotitas de vitamina tienen un tamaño medio de 70 a 200 nm de diámetro o incluso menos (por ejemplo 50 nm). Las gotitas pueden contener vitamina soluble en grasa en una forma pura, o bien vitamina soluble en grasa en un medio adecuado o en un diluyente como el aceite comestible. Las gotitas pueden contener también una mezcla de dos o más vitaminas diferentes solubles en grasa. Cuando se añade el polvo a un líquido, la estructura predominante de las gotitas resultantes es un núcleo de vitamina envuelto por una interfaz de polisacárido modificada entre la vitamina y el medio acuoso.

El tamaño de la gotita se determina adecuadamente por la técnica de dispersión de la luz usando un instrumento como el Malvern ZetaSizer 3, que proporciona un tamaño medio de gotita (el valor medio "Z"). Este método es muy conocido y se describe en varias referencias (por ejemplo, Particle size Distribution, ACS Symposium Series 332, Ed. T. Proveer, American Chemical Society, Washington, DC, 1987). Por consiguiente, una composición en polvo de esta invención contiene unas gotitas que consisten en vitamina soluble en grasa con un tamaño medio de gotita de 70 a 200 nm en diámetro según la técnica de la dispersión de la luz.

La claridad óptica se puede estimar mediante una comparación visual, de manera que no existe una turbidez visible añadida significativa, el líquido ha retenido su claridad óptica. La claridad óptica (turbidez) puede medirse con precisión mediante el turbidímetro. Para determinar la turbidez, se dispersa una muestra agitando en agua o en bebidas. Una vez dispersada por completo lo que generalmente requiere unos minutos o algo más (hasta una dispersión completa tal como se indica a continuación), la turbidez del líquido resultante se mide usando un turbidímetro (disponible en Orbeco Analytical Systems, Inc., Farmingdale, NY). La dispersión completa se observa cuando se obtiene una lectura constante de la turbidez. La turbidez se mide dirigiendo un rayo de luz dentro de una célula que contenga la muestra de prueba, midiendo la cantidad de luz reflejada en un ángulo de 90 grados por algunas gotitas presentes en la muestra y comparándola con la luz dispersada por una suspensión convencional de referencia. La intensidad de la luz reflejada a los 90 grados se mide mediante un fotodetector adecuado, se amplifica y se visualiza en una lectura de salida digital. La cantidad de luz es directamente proporcional al grado de turbidez. La NTU (Unidad de turbidez nefelométrica) se utiliza habitualmente para describir los resultados de la medición de turbidez usando un turbidímetro. Mayor NTU equivale a mayor turbidez.

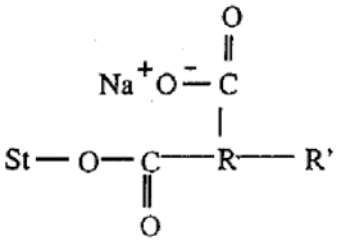
Cualquier turbidímetro convencional proporcionará unas mediciones de NTU equivalentes. Para fines de esta invención, un NTU de diez o menor es claro desde un punto de vista óptico. Por ejemplo, el NTU de la mayoría de zumos de manzana del comercio investigados es aproximadamente 5. Un líquido claro desde un punto de vista óptico al cual se ha añadido una composición en polvo preferida de esta invención tendrá preferentemente un NTU resultante de no más de cuarenta NTU, y de preferentemente diez a veinte NTU. Las composiciones de esta invención se pueden añadir también a líquidos que no son claros desde un punto de vista óptico. A este respecto, el aumento en la turbidez no es preocupante. No se producirá la formación de un anillo. Quizás aumente la biodisponibilidad de la vitamina. La invención contempla las composiciones en polvo que cuando se añaden a un líquido dan lugar a gotitas de vitamina de un tamaño medio de 70 a 200 nm de diámetro, preferentemente de aproximadamente 80 a 120 nm, y más preferentemente de unos 100 nm. Cuando el líquido es claro desde un punto de vista óptico, entonces el líquido se mantiene claro desde un punto de vista óptico para cualquier fin práctico tras la adición de la composición en polvo preferida.

Un polisacárido modificado tal como se utiliza en esta invención se define específicamente en las reivindicaciones. El polisacárido modificado es un buen emulsionante, es decir, tiene tanto restos hidrófilos (afinidad hacia el agua) como lipófilos (afinidad hacia la fase dispersada). En consecuencia, el polisacárido modificado tiene preferentemente un resto de hidrocarburo largo (una "cola" de ácidos grasos) como se define en las reivindicaciones. Al menos se utiliza un polisacárido preferentemente para preparar una composición de esta invención, pero es posible usar una mezcla de dos o más polisacáridos diferentes en una composición.

El polisacárido modificado como se usa en el presente documento ha sido modificado químicamente siguiendo unos métodos conocidos para ser un buen emulsionante en un contexto de agua en aceite con el fin de emulsionar el aceite en una dispersión fina en el medio acuoso. En consecuencia, el polisacárido modificado ha sido modificado para tener una estructura química que le proporcione una porción hidrófila (afinidad por el agua) y una porción lipófila (afinidad hacia la fase dispersada). Esto le permitirá disolverse en la fase oleaginosa dispersada y en la fase acuosa continua. El polisacárido modificado tiene una cadena larga de hidrocarburo como parte de su estructura (C_5-C_{18}) y es capaz de formar una emulsión estable de un tamaño de gotita deseado (por ejemplo 70-200 nm) en unas condiciones de homogenización a alta presión. Por alta presión se entiende una presión de aproximadamente 6,8948 x 10^7 Pa a aproximadamente 4,13688 x 10^8 Pa (aproximadamente 10.000 psi a aproximadamente 60.000 psi) e incluso superior. Los polisacáridos modificados son materiales bien conocidos que se encuentran disponibles en el mercado o pueden aislarse por un experto usando métodos convencionales.

El que un polisacárido sea un polisacárido modificado como se define en esta divulgación puede determinarse analizando si puede mantener una emulsión como se define anteriormente mientras se utiliza el polisacárido para producir una composición en polvo de esta invención tal como la que se menciona a continuación. Brevemente, se empieza con una emulsión bruta preparada disolviendo el polisacárido modificado en un disolvente acuoso adecuado como el agua y durante la homogenización añadiendo vitaminas solubles en grasa en tales proporciones para producir una emulsión bruta con un contenido de sólidos (porcentaje en peso de vitamina o vitaminas y polisacárido o polisacáridos modificados) de preferentemente no más del 60 % (un contenido en sólidos del 70 % es posible, sin embargo puede ser difícil de manejar debido al espesor de la emulsión). La cantidad de lípido, o el contenido de lípidos, es el componente lipídico del contenido en sólidos. El componente lipídico puede ser vitamina pura o vitamina en un diluyente apropiado. El contenido lipídico constituye preferentemente un 75 % en peso o menos del contenido en sólidos. Si la emulsión resultante tiene un tamaño medio de gotita de la emulsión de 70 a 200 nm después de uno hasta aproximadamente cien ciclos de emulsión (pasos) a una presión de aproximadamente 6,8948 x 10^7 Pa a aproximadamente 4,13688 x 10^8 Pa (aproximadamente 10.000 psi a aproximadamente 60.000 psi), entonces el polisacárido es un polisacárido modificado apto para su uso en esta invención. El polisacárido modificado debería producir también una emulsión que se mantenga estable al menos hasta la realización de la siguiente etapa de preparación - secado por pulverización.

El polisacárido modificado es un almidón modificado como se define en las reivindicaciones. Los almidones son hidrófilos y por tanto no tienen capacidad emulsionante. Sin embargo, los almidones modificados se fabrican a partir de almidones con restos hidrófobos sustituidos por unos métodos químicos conocidos. Por ejemplo el almidón puede tratarse con anhídridos ácidos dicarboxílicos cíclicos tales como los anhídridos succínicos, sustituidos con una cadena de hidrocarburo (véase “Modified Starches: Properties and Uses, ed. O.B. Wurzburg, CRC Press, Inc., Boca Raton, Florida (1991)). El almidón modificado de esta invención tiene una estructura como se representa a continuación



Fórmula 1

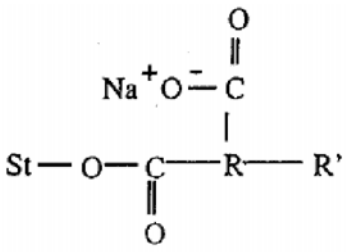
en la que St es un almidón, R es dimetileno o trimetileno y R’ es un grupo alquilo o alquenilo C_5 a C_{18}. Un compuesto preferido de Fórmula 1 es el almidón succinato de octenilo sódico. Se encuentra disponible en el mercado de, entre otras fuentes, National Starch and Chemical Company, Bridgewater, N.J. como Capsul®. La fabricación de este compuesto y de compuestos de Fórmula 1 en general se conoce en la técnica (véase “Modified starches: Properties and Uses, ed. O.B. Wurzburg, CRC Press, Inc. Boca Raton, Florida (1991)).

Preferentemente el polisacárido modificado debería ser al menos aceptable para consumo animal. Para consumo humano, los polisacáridos modificados preferidos deberían ser GRAS (generalmente reconocidos como seguros, por sus siglas en inglés) o un material aprobado para consumo de alimentos como se determina por las diversas agencias reguladoras del mundo entero.

En esta invención se contemplan como vitaminas solubles en grasa la vitamina E o sus ésteres (por ejemplo, acetato de vitamina E), la vitamina A o sus ésteres (por ejemplo, acetato de vitamina A y palmitato de vitamina A), la vitamina K (fitomenadiona) y la vitamina D3 (colecalciferol). La vitamina E o sus ésteres es la vitamina soluble en grasa preferida, siendo el acetato de vitamina E la más preferida. Tales vitaminas se encuentran disponibles fácilmente de fuentes comerciales. Además se pueden preparar siguiendo métodos convencionales por un experto. Las vitaminas pueden usarse en forma pura o en un diluyente adecuado como grasa o aceite (por ejemplo, aceite de soja). De esta manera las gotitas en el polvo de esta invención pueden contener una o más vitaminas en un estado puro o en un diluyente apropiado.

De esta manera, una composición en polvo preferida comprende gotitas de una vitamina soluble en grasa que se dispersan en una matriz de polisacárido modificada en la que

(i) el tamaño medio de las gotitas es de 80 a 120 nanómetros de diámetro, con preferencia aproximadamente 100 nm de diámetro;
(ii) la vitamina soluble en grasa se selecciona del grupo que consiste en vitamina E o sus ésteres, vitamina A o sus ésteres, vitamina K y vitamina D3; y
(iii) el polisacárido modificado es un almidón modificado de



Fórmula 1

en la que St es un almidón, R es dimetileno o trimetileno y R' es un grupo alquilo o alquenilo C_5 a C_{18}.

Más preferentemente la vitamina soluble en grasa es acetato de vitamina E y el polisacárido modificado es el almidón succinato octenilo sódico.

Un porcentaje preferible de vitamina soluble en grasa es de aproximadamente el 15 % a aproximadamente un 40 %, más preferentemente de aproximadamente un 25 % en peso.

La composición puede contener únicamente vitamina y polisacárido modificado en unos porcentajes de hasta un 100 %. La composición puede contener también una pequeña cantidad de agua residual. La cantidad de agua residual depende de la tecnología de secado empleada, que será evidente para un experto en la materia. Una cantidad típica de agua residual equivale a aproximadamente un 4 % en peso. Alternadamente se pueden añadir otros ingredientes convencional a una composición en polvo de vitamina, por ejemplo, protectores de vitamina como la sacarosa o maltodextrina solos o combinados, y las cantidades de vitamina y de polisacáridos que se ajusten de acuerdo a ello. Por lo tanto parte de esta invención es una composición donde el cociente de vitamina soluble en grasa respecto al de polisacárido modificado oscila entre 1:199 y aproximadamente 3:1. Una composición preferida comprende entre un 15 y un 40 % en peso de vitamina soluble en grasa y entre un 60 y un 85 % en peso de polisacárido modificado. Un cociente preferido de vitamina soluble en grasa respecto a la de polisacárido modificado equivale a 3:17 hasta 2:3. Un polisacárido modificado preferido es un almidón modificado, en particular un almidón modificado de Fórmula 1. En una composición especialmente preferida, la vitamina soluble en grasa es la vitamina E o bien el acetato de vitamina E y el polisacárido modificado es el almidón succinato octenilo sódico.

También es parte de esta invención una composición de emulsión como se define en las reivindicaciones, que comprende una vitamina soluble en grasa; un polisacárido modificado; opcionalmente un conservante y agua, en la que las gotitas de la emulsión no tienen más de aproximadamente 70 a 200 nanómetros de diámetro.

La emulsión comprende del 5 % al 20 % en peso de la vitamina soluble en grasa, del 30 % al 40 % en peso del polisacárido modificado y del 50 % al 55 % de agua.

Esta emulsión es útil para preparar la composición en polvo de esta invención. Un polisacárido modificado preferido es un almidón modificado de Fórmula 1 como se define en las reivindicaciones. Se prefiere especialmente el almidón succinato octenilo sódico. Una vitamina preferida es la vitamina E y su acetato. Si se incluyen otros componentes como conservantes, el porcentaje de vitamina, polisacárido y agua se ajustarán en consecuencia.

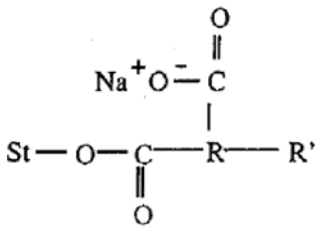
Los comprimidos, en particular los comprimidos efervescentes son parte de esta invención. Tales comprimidos comprenden una vitamina soluble en grasa y un polisacárido modificado tal como se ha descrito antes, y se obtienen preferentemente a partir de la composición en polvo de esta invención formulando la composición en comprimidos mediante un medio convencional de fabricación de comprimidos. Cuando el comprimido se añade a un líquido como agua, agua mineral o bien a una bebida, éste se disuelve y da lugar a un líquido cuyo contenido en vitamina soluble en grasa no provoca la formación de un anillo, lo que equivaldría a la separación de una capa superior de vitamina soluble en grasa en el líquido. Los comprimidos de esta invención se pueden fabricar a partir de cualquier composición en polvo en el presente documento descrita, por ejemplo, composiciones donde el polisacárido modificado preferido es un almidón modificado de Fórmula 1 como el almidón succinato octenilo sódico. Una vitamina preferida es la vitamina E y su acetato.

La presente invención también se dirige a las bebidas que comprenden una mezcla de

(i) al menos aproximadamente un 0 a un 100 % en peso de aroma y un 0 a un 100 % en peso de zumo;
(ii) un polisacárido modificado como se define en las reivindicaciones y un suplemento nutricional de una vitamina soluble en grasa en forma de gotitas de un tamaño medio de 70 a 200 nm de diámetro, preferentemente de aproximadamente 80 a 120 nm de diámetro; y
(iii) agua si es preciso para lograr un peso de bebida del 100 %; en el que la cantidad nutricionalmente suplementaria de vitamina es de 8 a 20 miligramos de vitamina por 240 mg (8 onzas) de bebida.

Se prefieren las bebidas como se describen anteriormente en las que

(i) la vitamina soluble en grasa se selecciona del grupo que consiste en la vitamina E o sus ésteres, la vitamina A o sus ésteres, la vitamina K y la vitamina D3,
(ii) el polisacárido modificado es un almidón modificado de



Fórmula 1

en la que St es un almidón, R es dimetileno o trimetileno y R' es un grupo alquilo o alquenilo C_5 a C_{18}.

Lo más preferido es una bebida en la que la vitamina soluble en grasa sea el acetato de vitamina E y el polisacárido modificado sea el almidón succinato octenilo sódico.

Una cantidad preferida de vitamina es de aproximadamente 5 a 30 mg de vitamina E por 240 g (8 onzas) de líquido (una ración de una bebida). Una cantidad especialmente preferida es 8 mg a 20 mg. La más preferida es la de aproximadamente 15 mg por 240 g (8 onzas).

Las bebidas de esta invención pueden ser un 100 % zumo, 100 % aroma, 100 % agua o cualquier combinación de estos componentes que incluye solo agua (0 % aroma y 0 % zumo).

En particular una bebida puede ser un 3 % de zumo de frutas y un 97 % de agua, o un 0,05 % de aroma, un 1,95 % de zumo de frutas y un 98 % de agua. Los edulcorantes, conservantes y estabilizantes y otros componentes conocidos se podrán incluir en esta bebida. Cuando se incluyen estos componentes, el porcentaje de zumo, aroma y agua se ajusta de forma correspondiente.

En el caso de bebidas transparentes, la bebida preferida debería tener una claridad óptica que no difiera de forma significativa de su claridad óptica antes de añadir el polvo, por ejemplo, que no parezca más turbia cuando se observa visualmente.

Esta invención también se dirige a una bebida que comprende una mezcla de

(i) al menos aproximadamente un 0 a un 100 % en peso de aroma y un 0 a un 100 % en peso de zumo;
(ii) un suplemento nutricional de una vitamina soluble en grasa, y un polisacárido modificado como se define en las reivindicaciones, y
(iii) si es necesario, enrasar el peso de la bebida hasta un 100 %;

cuya bebida tiene una claridad óptica no superior a 20 NTU.

Las bebidas de esta invención se obtienen preferentemente añadiendo a una bebida una composición en polvo de esta invención. El añadir una composición en polvo de esta invención a un líquido no requiere un procedimiento especial o una excesiva agitación. Se puede añadir sencillamente el polvo al líquido y se mezcla agitando hasta que las partículas de polvo ya no son visibles al ojo humano. Cualquier composición en polvo de esta invención se puede añadir a una bebida tal como se ha descrito en el presente documento, para obtener una bebida de esta invención, es decir una bebida reforzada. Por ejemplo, la vitamina soluble en grasa puede ser una o más de las vitaminas E o de sus ésteres, A o de sus ésteres, K y D3, en particular la vitamina E y el acetato de vitamina E. El polisacárido modificado es un almidón modificado como un almidón de Fórmula 1. Un almidón preferido es el almidón succinato octenilo sódico.

Las vitaminas solubles en grasa se pueden añadir como reconstituyente, es decir, suficiente vitamina para reemplazar la vitamina presente de forma natural en una bebida como un zumo o leche, que se ha perdido o bien inactivado durante el tratamiento. Las vitaminas solubles en grasa también se pueden añadir como suplemento

nutricional, es decir, una cantidad de vitamina considerada recomendable para un niño o adulto que se consumirá en base a las recomendaciones RDA (Recommended Dietary Allowances) y a otras normas, preferentemente aproximadamente una a tres veces la RDA. Un complemento nutricional de vitamina soluble en grasa puede ser determinado fácilmente por un experto con el fin de lograr la cantidad deseada de enriquecimiento en un líquido, es decir, una bebida y en base a las RDA y otras normas. Una cantidad preferida de vitamina E oscila entre 5 y 30 mg de vitamina E por 240 g (8 onzas) de líquido (una ración de una bebida). Una cantidad especialmente preferida es la de 8 a 20 mg. La más preferida es la de 15 mg por 240 g (8 onzas). Por consiguiente, las composiciones en polvo de esta invención se podrán añadir a una bebida para lograr una concentración de vitamina E entre 5 y 30 mg, o entre 8 y 20 mg por 240 g (8 onzas) de líquido. Ocho onzas de líquido se pueden expresar también como 240 gramos. En el caso de vitaminas solubles en grasa que tengan una potencia mayor que la vitamina E, se prefiere formular la composición en polvo de manera que se puedan añadir 5 a 30 mg de dicha vitamina al diluyente (por ejemplo aceite comestible). Esto significa que la vitamina se diluye en un diluyente de forma que 5-30 mg de vitamina en el diluyente proporcionan un suplemento nutricional adecuado, por ejemplo, un valor múltiple de la RDA, preferentemente 1 a 3 veces la RDA. Por ejemplo, la RDA para la vitamina D_3 es de 400 IU. Así pues una composición D_3 de vitamina de esta invención contendría preferentemente un 15 % hasta un 40 % en peso de 400 IU de vitamina D_3 en diluyente. Lo mismo se aplicaría a otras vitaminas solubles en grasa. Un especialista en la materia estará familiarizado con las fórmulas apropiadas. Alternativamente, la vitamina propiamente en forma no diluida puede ser útil para fabricar la composición en polvo, siempre que la vitamina pueda ser aportada en una concentración de aproximadamente 1-3 RDA de forma que constituya un 0,5 % hasta un 95 % en peso de la composición. Si la dilución es necesaria o no dependerá de la potencia de la vitamina.

La cantidad de composición en polvo que se tiene que añadir depende de la potencia del polvo, es decir de la cantidad de vitamina en el polvo, lo que en esta invención puede oscilar entre un 0,5 % y un 75 % en peso. Los polvos preferidos tienen una potencia de aproximadamente un 25 % hasta un 40 %. Los polvos con unos tamaños de gotita más pequeños generarán en general menos turbidez en el líquido. En base al tamaño de la gotita y al nivel deseado de enriquecimiento y turbidez, el experto debería ser capaz de determinar la cantidad de polvo que se tiene que añadir dependiendo de su potencia para lograr la claridad óptica deseada. Si una bebida previamente al suplemento ya es turbia, entonces el incremento en NTU no es probablemente una preocupación y se puede ajustar un grado mayor de turbidez adicional. Una bebida preferida de esta invención contiene aproximadamente 8 a 20 mg de vitaminas solubles en grasa en forma de gotitas que tendrán un diámetro de 70 a unos 120 nm, en particular de 100 nm.

Las bebidas de esta invención pueden ser bebidas carbonatadas, es decir, agua de seltz aromatizada, bebidas blandas o minerales, así como zumos no carbonatados, ponches y formas concentradas de estas bebidas. También se contemplan bebidas, especialmente zumos y bebidas de cola, que son carbonatadas tipo bebidas blandas, así como bebidas y néctares y bebidas totalmente enriquecidas o concentrados que contengan al menos un 45 % en peso de zumo.

A modo de ejemplo, los zumos de frutas y los sabores que en el presente documento se utilizan incluyen uva, pera, fruta de la pasión, piña, plátano, o puré de plátano, albaricoque, naranja, limón, pomelo, manzana, arándano, tomate, mango, papaya, lima, mandarina, fresa, frambuesa, zanahoria y mezclas de los mismos. Además, se pueden utilizar en las bebidas aromas o sabores artificiales, por ejemplo, cola, o sabores naturales derivados de estos zumos. Los sabores o aromas de chocolate y otros sabores no frutales también se pueden utilizar para fabricar bebidas que contengan el complemento mineral y vitamínico. Adicionalmente, la leche, obtenida de las vacas o por vía sintética, es una bebida que también se considera y a la que se añaden las composiciones en polvo de esta invención. La leche puede incluir propiamente otros componentes, en particular sabores como el chocolate, café o frambuesa. Como se usa en el presente documento, el término “zumo” se refiere tanto a zumos de frutas como de verduras y a concentrados de frutas y de verduras que comprendan al menos un 45 % de zumo de frutas. Las verduras que en el presente documento se incluyen engloban tanto partes de la planta comestibles no frutales como tubérculos, hojas, cortezas como mientras no se indique lo contrario, granos, nueces, semillas, y brotes que se añadirán como aromatizantes de zumos o bebidas.

Las bebidas deportivas también se contemplan como bebidas que se complementan a base de composiciones en polvo de la presente invención. Las bebidas deportivas típicas contienen agua, jarabe de sacarosa, jarabe de glucosa-fructosa y aromas naturales o artificiales. Estas bebidas también pueden contener ácido cítrico, citrato sódico, fosfato monopotásico, así como otros materiales que sean útiles para el suministro de electrolitos perdidos durante la transpiración.

Como se usa en el presente documento, el término “zumo” se refiere a un zumo de frutas o verduras que se encuentra en forma bebible, listo para servir. Los zumos de frutas de la presente invención pueden ser del tipo “sin mezcla alguna” que comprenden típicamente al menos un 95 % de zumo. Los zumos sin ningún tipo de mezcla incluyen también aquellos productos de 100 % zumo, como por ejemplo, uva, pera, granadilla, piña, plátano, o puré de plátano, albaricoque, naranja, limón, pomelo, manzana, arándano, tomate, mango, papaya, lima, tangerina, fresa, frambuesa, zanahoria, col, apio, espinacas, pepino y mezclas de las mismas. Los zumos de frutas incluyen también una ampliación de los zumos que son los “néctares”. Estos zumos de frutas comprenden típicamente entre un 50 % y un 90 % de zumo, preferentemente, entre un 50 % y un 70 % de zumo. Los néctares tienen normalmente azúcares

o edulcorantes artificiales o sustitutos de carbohidratos. Tal como se utiliza en el presente documento, el término “zumo cítrico” se refiere a los zumos de frutas seleccionados entre el grupo de zumo de naranja, de limón, de lima, de pomelo, de tangerina y de sus mezclas.

Como se usa en el presente documento, la frase “materiales del zumo” se refiere al zumo de frutas o verduras concentrado, además de otros materiales del zumo como las sustancias volátiles aromatizantes del zumo, los aceites esenciales de la corteza y la pulpa. En el presente documento el término “concentrado de zumo” se refiere a un zumo de fruta o verdura que cuando se diluye con la cantidad apropiada de agua forma una bebida bebible. Los concentrados en el ámbito de la presente invención se formulan típicamente para dar bebidas bebibles cuando se diluyen con 3 a 5 partes por peso de agua.

En el presente documento la frase “concentrado de bebida” o “jarabe embotellado” hace referencia a una mezcla de sabores, agua y entre un 10 % y un 60 % de azúcar o sustituto de carbohidratos, es decir, sacarosa, dextrosa, sólidos de jarabe de maíz, fructosa, dextrinas, polidextrosa y mezclas de los mismos.

El componente del aroma de las bebidas y de los concentrados contiene aromas seleccionados entre los aromas o sabores de frutas, de verduras, de tipo botánico y mezclas de los mismos. Como se usa en el presente documento, el término “aroma de fruta” se refiere a aquellos aromas derivados de la parte reproductible comestible de una planta de semillas, especialmente una que tenga una pulpa dulce asociada a la semilla, y el “aroma vegetal” se refiere a los aromas derivados de otras partes comestibles de la semilla y de otras plantas. También se incluyen en el término “aroma de frutas” y “aroma vegetal” aquellos aromas preparados sintéticamente que se fabrican para simular aromas vegetales o frutales derivados de fuentes naturales. En particular, los aromas de fruta preferidos son los aromas cítricos que incluyen los aromas de naranja, limón, lima y pomelo. Además de los aromas o sabores cítricos, se pueden utilizar una variedad de otros aromas frutales como los de manzana, uva, cereza, piña, mango y papaya y similares. Estos aromas o sabores frutales pueden proceder de fuentes naturales como zumos y aceites aromáticos o se pueden preparar por vía sintética. Tal como se ha utilizado en el presente documento, el término “aroma botánico” se refiere a los aromas derivados de partes de una planta distintas de la fruta; es decir, derivados de las nueces, de la corteza, de las raíces y de las hojas y de las semillas como el café, coco y vainilla. Se incluyen en el término “aroma botánico” los aromas preparados sintéticamente, que se fabrican para simular aromas botánicos derivados de fuentes naturales. Los ejemplos de dichos aromas incluyen la cola, el té, café, chocolate, vainilla, almendra y similares. Los aromas botánicas pueden proceder de fuentes naturales como los aceites esenciales y los extractos, o bien pueden prepararse de forma sintética.

El componente del aroma puede comprender una mezcla de varios aromas, por ejemplo, aromas de limón y lima, aromas de cola y aromas cítricos para crear aromas de cola, etc. Si se desea, los zumos como el de naranja, lima, limón, manzana, uva, zanahoria, apio y similares se pueden utilizar en el componente del aroma. Los aromas en el componente del aroma se forman a veces en gotitas de emulsión que después se dispersan en el concentrado. Debido a que estas gotitas generalmente tienen una gravedad específica inferior a la del agua y formarían pues una fase aparte, los agentes de ponderación (que pueden actuar también como agentes de enturbiado) son utilizados típicamente para mantener las gotitas de la emulsión dispersadas en la bebida. Ejemplos de dichos agentes de ponderación son los aceites vegetales bromados (BVO) y los ésteres de colofonia, en particular, las gomas éster. Véase L.F. Green, Developments in Soft Drinks Technology, Vol. 1 (Applied Science Publishers Ltd. 1978), pp. 87-93) para una descripción adicional del uso de los agentes de ponderación y de enturbiamiento en las bebidas líquidas. Además los agentes de ponderación, emulsionantes y estabilizantes de la emulsión se utilizarán para estabilizar las gotitas de la emulsión. Ejemplos de dichos emulsionantes y estabilizantes de la emulsión incluyen las gomas, pectinas, celulosas, polisorbatos, ésteres de sorbitán y alginatos de propilenglicol. Ver L.F. Green, supra en p. 92. La cantidad de componente aromático eficaz para impartir las características aromáticas a las bebidas y a los concentrados (“potencia el aroma”) puede depender del aroma(s) seleccionado, la impresión aromática deseada, y la forma de componente aromático. El componentes aromático puede comprender al menos un 0,05 % en peso de la composición de la bebida y lo más típico es que oscile entre el 0,1 % y el 2 % en peso para bebidas carbonatadas. Cuando se utilizan zumos como el aroma, el componente del aroma puede comprender hasta un 25 % en zumo de frutas en peso de la bebida, preferentemente entre un 5 % y un 15 % de zumo por peso para las bebidas carbonatadas.

El dióxido de carbono se puede introducir en el agua que se mezcla con el jarabe o bien en la bebida bebible después de su dilución para lograr la carbonación. La bebida carbonatada se podrá colocar en un recipiente como una botella o lata y después se sellará. Se puede utilizar cualquier metodología convencional de carbonación para fabricar las bebidas carbonatadas de esta invención. La cantidad de dióxido de carbono introducida en la bebida dependerá del sistema aromático utilizado y de la cantidad de carbonación deseada. En general, las bebidas carbonatadas de la presente invención contienen entre 1,0 y 4,5 volúmenes de dióxido de carbono. Las bebidas carbonatadas preferidas contienen entre 2 y aproximadamente 3,5 volúmenes de dióxido de carbono.

La presente invención es especialmente adecuada para el suplemento de bebidas y concentrados, que incluyen zumos cítricos. Las bebidas pueden contener entre un 3 % y un 100 % de zumo o entre un 0,05 % y aproximadamente un 10 % de un aroma artificial o natural, en particular zumo de naranja. El zumo de naranja concentrado, aroma de zumo de naranja y las sustancias volátiles aromáticas, la pulpa y los aceites esenciales de la

corteza utilizados en el método de la presente invención se pueden obtener a partir del zumo de naranja convencional. Ver Nagy y col, Citrus Science and Technology, Volumen 2, (AVI Publishing Co. 1977), pp 177-252 para el tratamiento convencional de naranjas, pomelo y tangerinas. Ver también Nelson y cols., Fruit and Vegetable Juice Processing Technology, 3rd edición, (AVI Publishing 1980), pp. 180-505 para el tratamiento convencional de zumos no cítricos como el de manzana, uva, piña, etc... con el fin de proporcionar fuentes de zumo y de materiales para el zumo para zumos no cítricos).

Los zumos de diferentes fuentes se mezclan frecuentemente para ajustar la proporción de azúcar frente a ácido del zumo. Se pueden mezclar diferentes tipos de naranjas o diferentes zumos para conseguir el aroma y la proporción azúcar-ácido deseada. Una proporción azúcar-ácido entre 8:1 y 20:1 se considera aceptable para los zumos de frutas. Sin embargo, las proporciones azúcar-ácido preferidas oscilan típicamente entre 11:1 y 15:1, en particular para zumos cítricos.

Los edulcorantes incluyen los azúcares que normalmente están presentes en los zumos de frutas, por ejemplo, glucosa, sacarosa y fructosa. Los azúcares también incluyen jarabe de maíz de alto contenido en fructosa, jarabe invertido, alcoholes de azúcar, incluyendo el sorbitol, jarabe de refinador y sus mezclas. Además del azúcar, los zumos de la presente invención pueden contener otros edulcorantes. Otros edulcorantes adecuados incluyen la sacarina, los ciclamatos, la acetosulfama, edulcorantes de éster de alquilo inferior de L-aspartil-L-fenilalanina (por ejemplo, aspartamo). Un edulcorante especialmente preferido a utilizar en dicha amplia gama de zumos es el aspartamo. Para zumos de un grado de concentración único, el contenido en azúcar puede oscilar entre un 2º y un 16º Brix (16º Brix significa que el zumo contiene aproximadamente un 16 % de sólido soluble, y así sucesivamente). Típicamente, el contenido en azúcar de dichas bebidas dependerá de la cantidad de zumo que contengan. Para bebidas de grado de concentración elevado que contengan al menos un 95 % de zumo, el contenido en azúcar oscila típicamente entre 5º y 14º Brix. Para todo tipo de zumos que comprenden desde un 50 % hasta un 90 % de zumo, el contenido en azúcar oscilará típicamente entre 5º y 13º Brix (sin otro edulcorante) o entre 2º y 8º Brix (conteniendo otro edulcorante). Para concentrados de zumo conforme a la presente invención, el contenido en azúcar puede oscilar entre 6º y 75º Brix. Típicamente, el contenido en azúcar de estos concentrados de zumo oscila entre 20 y 50º Brix. Para concentrados de zumo de naranja, el contenido en azúcar se sitúa preferentemente entre 35 y 50º Brix.

La cantidad de edulcorante eficaz en las bebidas de la invención depende del edulcorante utilizado y de la intensidad deseada. Para edulcorantes no calóricos, esta cantidad varía dependiendo de la intensidad de azúcar del edulcorante en particular. Para azúcar, esta cantidad puede situarse entre un 1 % y un 14 % (lo típico es entre un 6 % y un 14 %) en peso para bebidas carbonatadas. Las bebidas preferidas contienen entre el 9 % y el 13 % por peso de azúcar. Al determinar la cantidad de azúcar para las bebidas de la presente invención, también se incluye cualquier azúcar u otro edulcorante presente en el componente aromático, como en el zumo. Las combinaciones de edulcorante de pocas calorías que contengan un edulcorante no calórico como el aspartamo y un azúcar como el jarabe de maíz de elevado contenido en fructosa también se pueden utilizar en bebidas. Para jarabes, la cantidad de azúcar en un jarabe bebible oscila entre un 10 % y un 60 %, y preferentemente entre un 40 y un 60 %. Además de los edulcorantes, las bebidas se pueden enriquecer con vitaminas solubles en agua o en grasa. La composición de esta invención se podrá añadir a las bebidas que ya contengan o a las que posteriormente se añadan composiciones vitamínicas que no sean de esta invención.

Los diversos concentrados se podrán envasar en envases convencionales para concentrados o bebidas especiales que presenten un suplemento nutritivo de vitaminas solubles en grasa. En algunos casos los concentrados se encontrarán congelados.

Las composiciones en polvo de esta invención se podrán añadir a productos cosméticos si se desea para mezclar vitaminas solubles en grasa como la vitamina E con un cosmético. Si el cosmético es óptimamente transparente, se podrán utilizar las composiciones preferidas de esta invención para evitar el aumento de la turbidez del cosmético. Los cosméticos incluyen cualquier material diseñado para su aplicación a la piel, cabello o uñas, por ejemplo, productos para el cuidado de la piel como bálsamos, lociones o barras, diversas pomadas, composiciones de maquillaje para utilizar en la cara, ojos, o labios, champús y acondicionadores, pulimentos para uñas, y similares. El producto cosmético puede contener otros principios activos. Se contemplan también composiciones farmacéuticas previstas para su aplicación tópica en forma de pomadas, lociones y similares. Dichas fórmulas cosméticas serán bien conocidas por el experto. La composición en polvo de esta invención se añade en cualquier momento en el proceso de producción para que se pueda mezclar intensamente con el cosmético.

La composición en polvo de esta invención que comprende gotitas de una vitamina soluble en grasa siendo el tamaño de las gotitas de 70 a 200 nanómetros de diámetro (preferentemente de aproximadamente 80 a aproximadamente 120 nm y más preferentemente 100 nm) que se dispersan en una matriz de polisacárido modificada se puede crear

a. combinando agua con el polisacárido modificado durante un periodo de tiempo suficiente para que el polisacárido se disuelva en agua;

b. añadiendo vitamina soluble en agua a la solución de la etapa a para formar una emulsión bruta, preferentemente una emulsión bruta que tenga un contenido en sólidos de aproximadamente un 30 % a aproximadamente un 50 %, más preferentemente un 45 %;
c. mezclando la emulsión bruta de la etapa b hasta que el tamaño de las gotitas en la emulsión sea de 1500 nm o menos;
d. emulsionando la emulsión bruta de la etapa c a una temperatura de aproximadamente 5 ºC a aproximadamente 75 ºC a una presión de aproximadamente 6,8948 x 10^7 a aproximadamente 4,13688 x 10^8 Pa (aproximadamente 10.000 psi a aproximadamente 60.000 psi), preferentemente de aproximadamente 1,7237 x 10^8 Pa (aproximadamente 25.000 psi); para obtener una emulsión con suplemento vitamínico formada por gotitas de tamaño medio entre 70 y 200 nm; y
e. secando la emulsión de la etapa d para obtener una composición en polvo que comprenda gotitas de una vitamina soluble en grasa de un tamaño medio de aproximadamente 70 a aproximadamente 200 nanómetros de diámetro, y que se dispersen en una matriz de polisacárido modificada.

La etapa a puede llevarse a cabo a una temperatura razonable para garantizar una disolución rápida del polisacárido modificado en agua y para utilizar completamente su funcionalidad. Para garantizar la disolución completa del polisacárido modificado en una cantidad razonable de tiempo, es preferible calentar a aproximadamente 70 o 80 ºC, después de lo cual la solución resultante puede ser enfriada de forma conveniente a aproximadamente temperatura ambiente o a una temperatura ligeramente superior (aprox. 30º).

Con el fin de lograr el tamaño de gotita deseado, la etapa de emulsión d se puede repetir según sea necesario para obtener el tamaño de gotita deseado, es decir, la emulsión bruta entra en el recipiente de homogenización, se emulsiona y pasa fuera del recipiente de homogenización, y pasa a través del recipiente de homogenización de nuevo hasta que se consigue el tamaño de gotita deseado. En general se requerirán al menos cinco hasta veinte pasadas. Estas pasadas se llevan a cabo normalmente a la misma presión y con los mismos parámetros del sistema, pero se pueden utilizar diferentes presiones para diferentes pasadas (se podrían variar otros parámetros del sistema para diferentes pasadas). El periodo de tiempo de una pasada no es crítico. La cantidad de tiempo por pasada dependerá de los parámetros del sistema incluso de la viscosidad de la emulsión, del tamaño del lote, de la velocidad de flujo y de la presión. Estos parámetros dependerán del formato preciso de tratamiento seleccionado, y pueden ser modificados por el experto para obtener los resultados deseados. Los ciclos de emulsificación continuarán hasta que la prueba demuestre que se ha conseguido el tamaño de gotita deseado tal como indica el análisis del tamaño de partícula (por ejemplo por dispersión de la luz tal como se ha descrito). Es importante que la etapa de homogenización se lleve a cabo a una a presión ultra-elevada tal como se ha descrito, para reducir eficazmente el tamaño de la gotita de la emulsión a un tamaño deseado. La temperatura de homogenización tal como se mide a la salida del homogeneizador es preferentemente inferior a 70 ºC. La emulsión se transforma después en un polvo mediante una tecnología conocida como la de secado por refrigeración, secado en un lecho fluido, pero preferentemente secado por pulverización, para obtener una composición en polvo que comprenda gotitas de una vitamina soluble en grasa cuyo tamaño oscile entre aproximadamente 70 y aproximadamente 200 nanómetros de diámetro (preferentemente de aproximadamente 80 a aproximadamente 120, y más preferentemente 100 nm) y que se dispersen en una matriz de polisacárido modificada. Una composición en polvo producida por este proceso es parte de esta invención.

La emulsión final dará lugar a un polvo, el cual al volverse a dispersar en un líquido, dará lugar a una emulsión con un tamaño de gotita generalmente unos 10-15 nm superior al tamaño de gotita de la emulsión antes del secado por pulverización. Un polvo así producido contendrá unas gotitas de vitamina de 200 nm o menos. Dicho polvo cuando se añada a un líquido dará lugar a unas gotitas con un tamaño de gotita medio de aproximadamente 70 a aproximadamente 200 nm, preferentemente de aproximadamente 80 a aproximadamente 120 nm, más preferentemente de aproximadamente 100 nm. Dichos tamaños son adecuados en caso de adición a bebidas a unos niveles de enriquecimiento de aproximadamente 5 a aproximadamente 30 mg, preferentemente de aproximadamente 8 a aproximadamente 20 y en especialmente de aproximadamente 15 mg de vitamina por 8 onzas (240 g) de bebida. Tal como se ha comentado antes, la vitamina E se puede añadir en forma pura (es decir, 15 mg de vitamina E por 240 g (8 onzas). Sin embargo, las vitaminas solubles en grasa más potentes se diluirán preferentemente de manera que lo que se añada sean 15 mg de vitamina en diluyente más que 15 mg de vitamina pura. En la adición, la bebida resultante no debería presentar ningún círculo amarillo. Además, la vitamina añadida puede disponer de una biodisponibilidad superior.

Con respecto a una bebida originalmente clara o transparente desde un punto de vista óptico, para mantener una claridad óptica se puede añadir una composición preferida de esta invención. La NTU de la bebida resultante no debería ser mayor de 30 y debería ser de 10 a 15, especialmente para niveles de enriquecimiento bajos. En general, a los niveles deseados de enriquecimiento se acepta un tamaño de gotita de unos 120 nm de diámetro con respecto a la claridad óptica, y no contribuye a una NTU sustancial. En general, puede ser preferible usar una gotita de tamaño inferior para un nivel superior de enriquecimiento. Por consiguiente con respecto a minimizar la turbidez en una bebida clara desde un punto de vista óptico, sería más útil un polvo con un tamaño medio de gotita de vitamina superior para un nivel inferior de enriquecimiento mientras que un polvo con un tamaño de gotita de vitamina medio inferior sería preferible a un nivel superior de enriquecimiento. A este respecto, la figura 2 proporciona los datos sobre la relación entre el tamaño de la gotita y la claridad óptica. Como puede verse en esta aproximación de gran

ajuste, esta relación es claramente lineal de manera que a medida que el tamaño de la gotita aumenta, la NTU aumenta para el mismo nivel de enriquecimiento. Por consiguiente la claridad óptica (NTU) es una función del tamaño de la gotita de la composición. Sin embargo, la potencia del polvo no tiene un efecto significativo en la relación entre la turbidez y el tamaño de la gotita en un intervalo de potencia del 15-25 %.

Para obtener la emulsión y el polvo de esta invención, los parámetros del proceso anterior se pueden modificar dentro de los límites previstos. Las variables pertinentes son la presión en la etapa de emulsificación, el contenido en sólidos, que es un porcentaje en peso de la emulsión bruta de la(s) vitamina(s) más el polisacárido modificado, el componente lipídico del contenido en sólidos, que es el porcentaje en peso del contenido en sólidos que corresponde a la vitamina, y que incluye cualquier diluyente comestible como el aceite, y el número de pasadas a través de la etapa de emulsificación. Siguiendo las instrucciones de esta invención, estos parámetros se podrán modificar para obtener una composición en polvo que contenga unas gotitas de vitamina de 200 nm o menos de diámetro, y que tenga una potencia (que corresponda al porcentaje en peso de vitamina) de aproximadamente un 0,5 % hasta un 75 %, en particular de un 25 % a un 40 %, y que aporte unos niveles de enriquecimiento de RDA múltiples de la vitamina, preferentemente de unos 1-3 RDA de vitamina, más preferentemente en forma de 5 a 30 mg de vitamina (pura, o tratada en un diluyente) por 240 g (8 onzas) de líquido.

La potencia del polvo de esta invención se determina por la cantidad de vitamina soluble en grasa en la emulsión bruta. Por ejemplo, una emulsión que es de aproximadamente un 5 % a un 15 % en peso de vitamina (vitamina pura o vitamina en diluyente) aportará más o menos un polvo con una potencia de aproximadamente un 10 % a un 30 % en peso. Sin embargo, una persona experta será capaz de variar el contenido de la emulsión con las directrices o instrucciones aportadas por esta invención para obtener una potencia deseada en el polvo resultante.

En general, cuanto menor es la presión, más pasadas se precisarán para obtener una emulsión con un tamaño de gotita determinado. Además, cuanto mayor es el contenido de lípido, más pasadas se requerirán para obtener el tamaño de gotita dado (como se analiza anteriormente, el tamaño de gotita de la emulsión determina el tamaño de gotita en el polvo resultante, y el tamaño de gotita en el líquido al que el polvo se añade es aproximadamente 10-15 nm superior que el tamaño de gotita de la emulsión original). La potencia del polvo es más o menos el doble del contenido de lípidos (para vitamina pura) de la emulsión. La emulsión se procesa tal como se ha descrito antes y con más detalle a continuación, para obtener el tamaño de gotita deseado. Si se requiere un nivel elevado de enriquecimiento, entonces es preferible obtener un polvo con tamaños de gotita en el extremo inferior del intervalo. Si es posible aumentar la presión de procesamiento, entonces un número dado de pasadas a la mayor presión proporcionará gotitas más pequeñas. Sin embargo, si la presión no se puede aumentar (si por ejemplo $1{,}03421 \times 10^8$ Pa (15.000 psi) es el límite superior para el equipo que se utiliza), entonces se podrá obtener el mismo resultado aumentando el número de pasadas.

Con respecto a obtener un polvo que contenga gotitas de un tamaño que aporten una turbidez aceptable para el nivel de enriquecimiento deseado, el tamaño de gotita resultante de la adición del polvo es la variable más importante. Es posible añadir menos polvo de una potencia superior que de una potencia inferior para obtener el mismo nivel de enriquecimiento, pero si el polvo de potencia superior tiene un tamaño de partícula superior, entonces el hecho de que se añada menos de este polvo no negará el efecto del tamaño de la gotita y se obtendrá una turbidez superior.

Para obtener composiciones en polvo de esta invención, se pueden variar los parámetros anteriores dentro de los siguientes límites: El intervalo de presión es de aproximadamente $6{,}8048 \times 10^7$ Pa a aproximadamente $4{,}13688 \times 10^8$ Pa (aproximadamente 10.000 psi a aproximadamente 60.000 psi), preferentemente de aproximadamente $1{,}38 \times 10^8$ Pa a aproximadamente $2{,}41 \times 10^8$ Pa (aproximadamente 20.000 psi a aproximadamente 35.000 psi), y especialmente de aproximadamente $2{,}068 \times 10^8$ Pa (30.000 psi). El contenido de sólidos es preferentemente no más del 60 % y el contenido de lípidos es el 75 % o menos del contenido de sólidos. Una presión preferida es $1{,}37895 \times 10^8$ a $2{,}41317 \times 10^8$ Pa (20.000 a 35.000 psi). Una emulsión bruta preferida tiene un contenido de sólidos de aproximadamente el 30 % a aproximadamente el 50 %, preferentemente de aproximadamente 45 %, un contenido en lípidos preferido es de aproximadamente el 10 % a aproximadamente el 50 %. Una potencia preferida es de aproximadamente un 25 % a aproximadamente un 40 %. El número de pasadas que se requerirán para conseguir un tamaño de gotita en la emulsión de aproximadamente 70 a aproximadamente 200 nm se puede ajustar dependiendo de los parámetros.

Las diversas etapas en el método anterior se podrán llevar a cabo siguiendo métodos conocidos utilizando reactivos y equipo convencional. Una persona experta con las instrucciones que en el presente documento se indican será capaz de ajustar la emulsión, el contenido en sólidos y lípidos (para potencia), la presión y el número de pasadas, dentro de los límites de esta invención, para obtener fácilmente una composición en polvo de esta invención.

Con mayor detalle, el polvo se prepara emulsionando una emulsión bruta de vitamina soluble en grasa y polisacárido modificado (por ejemplo, la emulsión de esta invención). Una vez la emulsión ha alcanzado el tamaño de gotita deseado, se seca por pulverizado para dar un polvo. La potencia del polvo es el tanto por ciento en peso de vitamina que contiene el polvo.

La emulsión bruta se prepara combinando la vitamina soluble en grasa con el polisacárido modificado en unas cantidades adecuadas que darán lugar a un producto en polvo que tendrá un tamaño de gotita cuando se disuelva en líquido de aproximadamente 70 a 200 nm, preferentemente de aproximadamente 80 a aproximadamente 120 nm y más preferentemente de aproximadamente 100 nm. Una emulsión que contiene aproximadamente un 5-15 % en peso de vitamina soluble en grasa, un 30-40 % en peso de polisacárido modificado y un 50-55 % en peso de agua es un ejemplo. La emulsión se puede preparar en un recipiente convencional de una capacidad adecuada donde pueden tener lugar el calentamiento y el enfriamiento. El agua y el polisacárido modificado se añadirán al recipiente. La mezcla se puede calentar a unos 80 ºC, pero esto no es imprescindible. La mezcla se debería agitar hasta que el polisacárido modificado se hay disuelto.

Después la solución se deja o se enfría a temperatura ambiente a aproximadamente 30 ºC y se añade lentamente la vitamina soluble en grasa. La mezcla se homogeneiza hasta obtener una emulsión bruta en el recipiente (por ejemplo, usando una leche coloide o cualquier otro medio de mezcla convencional) hasta que el tamaño de la gotita es menor de 1500 nm. El tamaño de la gotita se puede medir mediante un analizador de tamaños de partícula convencional. Un medio de medición preferido es la técnica de dispersión de la luz por láser. El Malvern ZetaSizer 3 o Autosizer Iic (Malvern Instruments, Southborough, MA) es un ejemplo de un dispositivo medidor de la dispersión de la luz por láser.

La emulsión bruta se emulsiona posteriormente usando equipo convencional y recipientes con esta finalidad. El dispositivo seleccionado debería aportar una presión suficientemente elevada. Los dispositivos microfluidizadores son útiles como los modelos M-210C-E/H, M-110-E/T, M-610-C y M-140K que se pueden obtener de Microfluidics International Corporation (Newton, MA): También es posible utilizar un propulsor de agua (como los fabricados por Jet Edge Inc., Minneapolis, MN). La emulsión bruta se puede trasladar del recipiente al dispositivo emulsionante a través de un tamiz adecuado con el fin de impedir la obstrucción del microfluidizador. La temperatura a la cual tiene lugar la homogenización (se entiende la posterior emulsificación) se mantendrá preferentemente entre la temperatura ambiente (unos 20-25 ºC) o bien a unos 30 ºC hasta 75º con un sistema de enfriamiento como un baño de agua en hielo para controlar la temperatura a unas presiones elevadas. La bomba de presión del dispositivo emulsionante se debería ajustar a una presión adecuada (6,8948 x 10^7 Pa a 4,13688 x 10^8 Pa (10.000 psi a 60.000 psi dependiendo del tamaño de gotita deseado). Nótese que la presión en el dispositivo puede fluctuar en un amplio intervalo dependiendo del número de pistones en la bomba a elevada presión. Un microfluidizador do dos pistones varía de 5 x 10^7 Pa a 1 x 10^8 Pa (7.250 a 14.500 psi; 500 a 1000 bar). Se prefiere por tanto una bomba de tres pistones.

La homogenización continúa durante un número suficiente de pasadas hasta obtener una emulsión del tamaño de gotita deseado. En general, cuanto más estable es la presión del proceso menor es el número de pasadas que se deberían requerir para conseguir el mismo tamaño de gotita. Después la emulsión se seca hasta obtener el polvo de esta invención. El secado se puede lograr mediante cualquier método convencional, por ejemplo, el secado por pulverización en un secador adecuado como el Yamato Mini-Spray Drier.

Descripción de las figuras:

Figura 1: Diagrama de flujo del procedimiento típico para la preparación de una composición en polvo de esta invención. 1- Unidad del proceso Fryma de 25 litros con disco y molino coloidal; 2- bomba de engranaje máx. 1000 litros/hr.man.100 bar. 3- microfluidizador, M-210C-E/H, 100 litros/h. máx. 2000 bar. 4- intercambiador térmico con agua fría (aprox. 10 ºC). 5-recipiente de leche. 6-bomba integrada a un secador Minor spray. 7-secador spray Minor Model Hi-Tec.
Figura 2: Gráfico de tamaño de gotita (nm) frente a la claridad óptica (NTU) para un 15,75 % de vitamina E (círculo) y 26,25 % de vitamina E (cuadrado) en dispersión acuosa.

Los siguientes ejemplos sirvieron para demostrar la presente invención, pero no pretenden limitarla de ningún modo.

Ejemplos:

Ejemplo 1

Se disolvió almidón succinato de octenilo sódico (10 kg) en agua destilada a 80 ºC (14,5 kg). Tras enfriar la solución a aproximadamente 30 ºC, se añadió lentamente acetato de vitamina E (1,87 kg) y se homogeneizó con un molino coloidal hasta que el tamaño de la gotita de la emulsión fue inferior a 1500 nm. La emulsión bruta se homogeneizó con un Microfludics M-210-E/H a 7 x 10^7 Pa (700 bar). La emulsión se recicló a través del proceso de homogenización hasta que las gotitas de la emulsión alcanzaron unos 104 nm. Durante la homogenización, la temperatura de la emulsión se mantuvo a aproximadamente 35 ºC con un sistema refrigerante.

La emulsión se secó por pulverización usando un secador Minor spray (Modelo Hi-Tec) para dar un polvo que contenía aproximadamente un 15 % de acetato de vitamina E. El polvo se disolvió en agua para dar una turbidez de aproximadamente 18,9 NTU a una concentración de 15 mg de acetato de vitamina E por 240 g de agua.

La cantidad de polvo a añadirse a una bebida depende de la cantidad de enriquecimiento que se desee. Es importante determinar el tamaño de partícula óptimo para el nivel de enriquecimiento deseado.

La bebida o los concentrados con el suplemento de las composiciones o comprimidos de vitaminas solubles en grasa de la presente invención se podrán preparar mediante métodos convencionales bien conocidos por los expertos en la materia. En general, la composición transparente desde el punto de vista óptico de las vitaminas solubles en grasa se puede añadir simplemente a las bebidas o concentrados o jarabes y se agitará suavemente. El comprimido efervescente se deja caer en la bebida y se deja que se disuelva (los comprimidos no suelen dar lugar a una bebida transparente desde el punto de vista óptico debido a otros ingredientes de los comprimidos, pero dan lugar a una bebida sin formación de un anillo siempre que otros ingredientes no causen la formación de dicho anillo). Los concentrados y los jarabes a los que se ha añadido la composición en polvo de vitaminas solubles en grasa se podrán utilizar para crear una bebida final de una única concentración mediante la mezcla del concentrado o jarabe con una cantidad apropiada de agua, en general 1 parte de concentrado o jarabe por 3 a 4 partes de agua. El agua puede ser carbonatada o no carbonatada.

Los ejemplos de otras bebidas a las que se pueden añadir las composiciones en polvo de vitaminas solubles en grasa de esta invención en unas cantidades tipo suplemento nutricional incluyen:

(a) zumo de naranja “espumoso” que comprende un 55 % de zumo de naranja y un 45 % de agua carbonatada;
(b) néctar de pera-pomelo que comprende un 25 % de zumo de pera, un 20 % de zumo de pomelo, comprendiendo el equilibrio un 10 % de sacarosa-agua;
(c) bebida de kiwi-pomelo que comprende un 20 % de zumo de fruta de kiwi, 15 % de zumo de pomelo, comprendiendo el equilibrio agua;
(d) “cóctel” de frutas mixto que comprende un 10 % de cada uno de los zumos de fruta de la pasión, mango, guayaba, piña, papaya, plátano, albaricoque, mandarina, naranja, pera y lima;
(e) bebida de yogurt/fruta que comprende un 20 % de productos lácteos, 1 % de pectina, 20 % de zumo de piña, 10 % de pulpa de fruta de piña triturada, 16 % de jarabe de maíz, comprendiendo el equilibrio agua;
(f) bebida de cola que comprende un 0,35 % de emulsión de aroma de cola, 11 % de azúcar, 0,1 % de ácido fosfórico, 0,1 % de ácido cítrico y ácido málico, colorante de caramelo, comprendiendo el equilibrio agua carbonatada;
(g) zumo de naranja totalmente concentrado;
(h) zumo de manzana totalmente concentrado;
(i) leche de vaca aromatizada totalmente concentrada.

Después de 6 meses a temperatura ambiente, no se observaba una pérdida significativa de acetato de vitamina E en el polvo secado por pulverizado tal como se muestra a continuación en la Tabla 1 siguiente.

Tabla 1

	% de retención (basado en el ensayo inicial)		
Ensayo inicial, %	1 MO	3 MO	6 MO
14,73	99,8	99,1	99,1

El zumo de manzana y Gatorade de limón se enriquecían con el polvo secado por pulverización (16/96-10) a 8, 15 y 30 mg de acetato de vitamina E por ración (240 g) y se conservaron con un 0,05 % de benzoato sódico. Se incluyeron también muestras de control (0 mg). Las muestras se llenaron en frascos de vidrio de 8 onzas hasta aproximadamente un 90 % y se taponaban y pasteurizaban a 70 ºC durante 20 minutos.

La estabilidad química del acetato de vitamina E en agua y en las bebidas se muestra en la tabla 2 siguiente. Después de 6 meses a temperatura ambiente y a 5 ºC, la retención media de la vitamina E era del 92 %, 102 % y 101 % en agua, Gatorade y zumo de manzana, respectivamente.

Tabla 2. Estabilidad química en las bebidas a temperatura ambiente y 5 ºC

		% de retención (en base al ensayo inicial) Temperatura ambiente				5 grados C			
	Ensayo Inicial mg/g de ración	1 MO	3 MO	6 MO	9 MO	1 MO	3 MO	6 MO	9 MO
Agua	14,9	102,7	91,9	87,9	96	106	99,3	81,9	103
Gatorade	15,7	101,3	99,4	101,9	97	104,5	91,1	113,4	97
Zumo de manzana	16,1	100,0	85,1	89,4	94	101,9	91,9	95,0	90

Hasta los 6 meses, no aparece formación de anillo o precipitación como resultado del enriquecimiento con vitamina E. El polvo secado por pulverización puede usarse para enriquecer el zumo de manzana o el Gatorade en una concentración de 8-12 mg de vitamina E por ración para dar una claridad óptica tal como se muestra en la tabla 3.

Tabla 3: Claridad óptica del zumo de manzana enriquecido con vitamina e y Gatorade a 5 ºC y a temperatura ambiente

	Turbidez[a], NTU					
	Zumo de manzana			Gatorade Lemon Ice		
	0 mg	15 mg	30 mg	0 mg	15 mg	30 mg
Antes de la pasteurización	4,4	16,3	27,2	4,5	16,0	29,7
Después de la Pasteurización	3,6	13,5	24,6	4,1	15,5	27,6
5 ºC						
1 semana	3,9	14,4	24,1	3,8	16,2	29,5
	0 mg	15 mg	30 mg	0 mg	15 mg	30 mg
2 semanas	3,9	14,7	24,6	3,8	16,8	30,5
3 semanas	3,5	14,4	24,9	3,7	17,0	31,2
1 MES	3,5	14,9	25,0	3,7	17,5	32,7
2 MESES	3,5	15,2	25,7	3,7	18,4	34,3
3 MESES	3,5	15,4	26,1	3,5	19,4	36,4
Temp. Ambiente						
1 semana	3,4	14,1	24,5	3,8	17,1	31,4
2 semanas	3,4	14,9	25,4	3,8	18,7	33,3
3 semanas	3,5	14,9	26,1	3,5	19,5	35,2
1 MES	3,4	15,6	26,7	3,5	20,4	37,1
2 MESES	4,1	16,2	27,4	3,3	22,7	43,1
3 MESES	7,4[b]	17,7	31,0	3,3	25,6	51,4

a. Zumo de manzana (preparado de Seneca Red Frozen Juice Concentrate) y Gatorade Lemon Ice se enriquecieron con 8, 15 y 30 mg por ración (240 g).
b. Se observaba un deterioro microbiano

Ejemplo 2

Almidón succinato de octenilo sódico (2511 g) se disolvió en agua destilada a 80 ºC (2960 g). Seguidamente la solución se enfriaba a unos 30 ºC, el acetato de vitamina E (454,6 g) se añadió lentamente mientras se homogeneizó con un homogeneizador Gifford-Wood de 1L a elevada velocidad durante 3 minutos. La emulsión bruta se homogenizaba a aproximadamente 6,2053 x 10^7 Pa (9000 psi) con Microfluidics M-110 a una velocidad de flujo de aproximadamente 560 ml por minuto. La emulsión se recicló a través del proceso de homogenización hasta que las gotitas de la emulsión alcanzaban unos 116 nm después de aproximadamente 19 pasadas. Durante la homogenización, la temperatura de la emulsión se mantuvo alrededor de 35 ºC con un sistema refrigerante.

La emulsión se dispersó en agua para dar una turbidez de 12,3 NTU a una concentración de 15 mg de acetato de vitamina E por 240 g de agua.

Ejemplo 3

Almidón succinato de octenilo sódico (2340,4 g) se disolvió en un agua destilada a 80 ºC (2392,3 g). Después de que la solución se enfriara a unos 30 ºC, se añadió lentamente acetato de vitamina E (1576,4 g) mientras se homogeneizó con un homogeneizador de laboratorio hasta que el tamaño de la gotita era inferior a 1500 nm. La emulsión se filtraba a través de un tamiz de malla 50 para eliminar cualquier partícula grande no disuelta. La emulsión bruta se homogeneizó a una presión de 1,034 x 10^8 Pa (15.000 psi) con un homogeneizador de presión alta (Microfludics M-110). La emulsión se recicló a través del proceso de homogenización hasta que las gotitas de la emulsión alcanzaban los 125 nm. Durante la homogenización, la temperatura de la emulsión se mantuvo alrededor de 25 a 35 ºC con un sistema refrigerante.

La emulsión se secó por pulverización (Yamato Mini Spray Dryer; Modelo ADL-31) para dar la vitamina E en polvo. El tamaño de la gotita de la emulsión del polvo en agua era de 136 nm.

El polvo de la vitamina E, que contenía un 42,5 % de vitamina E se utilizaba para enriquecer Gatorade y el zumo de manzana en una concentración de 15 mg de acetato de vitamina E por ración (240 g). Para realizar el enriquecimiento, se disolvió una cantidad apropiada de polvo en las bebidas y las bebidas enriquecidas se pasteurizaban a 90 ºC. La claridad óptica de las bebidas se determinaba antes y después de la pasteurización y los resultados se muestran en la tabla 4 siguiente.

Tabla 4

	Turbidez, NTU*	
	Granizado limón Gatorade	Zumo manzana Seneca
Antes de la pasteurización	56,5	48,6
Después de la pasteurización	55,6	47,8
*la concentración era de 15 mg acetato vitamina E por 240g/8 onz de bebida		

El enriquecimiento de aproximadamente 6-8 mg por ración de 240 g (8 onzas) suministraría un nivel de turbidez inferior a 30 NTU con esta composición. Alternativamente, la emulsión se podía tratar en ciclos posteriores con el fin de obtener un tamaño de gotita de emulsión de unos 110 nm o menos, que daría lugar a un polvo que se podría añadir a una bebida a 15 mg/ 240 g (8 onzas) con una turbidez inferior a 30 NTU.

Ejemplo 4

El almidón succinato de octenilo sódico (29,64 %) se disolvió en agua destilada a 80 ºC (53,04 %). Una vez la solución se enfriaba a 30 ºC, el dl-α-tocoferol (17,32 %) se añadió lentamente y se homogeneizó con un molido coloidal hasta que el tamaño de la gotita de la emulsión era inferior a 1500 nm. La emulsión bruta se homogeneizó con un Microfludics M-210-E/H a 1,25 x 10^8 Pa (1250 bar). La emulsión se recicló a través del proceso de homogenización hasta que las gotitas de la emulsión alcanzaban unos 105 nm. Durante la homogenización, la temperatura de la emulsión se mantuvo a unos 35 ºC con un sistema refrigerante.

La emulsión se secó usando un Minor spray dryer (modelo Hi-Tec) para dar un polvo dl-α-tocoferol con un tamaño de gotita en agua de unos 161 nm. La turbidez era de 41 NTU para 15 mg de vitamina E por 240 g de agua. (El nivel de enriquecimiento se basaba en la idea de que no existía pérdida de vitamina E durante el tratamiento).

Ejemplo 5: Comprimidos efervescentes

Los comprimidos se fabricaron a partir del polvo del Ejemplo 1 en un 26,24 % y del ejemplo 3 en un 42,5 % tal como se muestra a continuación, y se comparaban con comprimidos producidos a partir de un producto en polvo corriente con un 50 % de vitamina E (ver tabla 5). El polvo con un 50 % de vitamina E utilizado para la comparación se puede obtener de Roche Vitamins y Fine Chemicals, Nutley, N.J.

Tabla 5

Material	N.º de Lote
Vitamina E seca 26,25 % SD	16/96-8 (producido como se describe en el Ej.1)
Vitamina E seca 42,5 % SD	27903-076 (producido como se describe en el Ej. 2)
Vitamina E seca tipo CWS/F	51 23 49

Se eligió una formulación antioxidante para la prueba. En esta fórmula después de la disolución de los comprimidos se pueden ver gotitas de aceite muy pequeñas de vitamina E (polvo al 50 % de vitamina E seca, tipo CWS/F) en la superficie del agua si la superficie se observa con mucho detalle frente a luz reflejada.
Características de los comprimidos
Fórmula Antioxidante: (6 mg/200 mg/50 mg)
(Beta Tab 10 % E/ácido ascórbico, granular fino / vitamina E seca 50 %, tipo CWS/F)

Tabla 6 Comprimido efervescente

				E 26,25 %	E 42,1 %	E 50,0 %
	Composición	Etiqueta	Ovrg	Cantidades	Cantidades	Cantidades
		mg	%	mg/comp	mg/comp	mg/comp
1	Beta-caroteno	6,00	20			
	como beta Tab 10 %E			72,00	72,00	72,00
2	Vitamina C	200,00	10			
	Como ácido ascórbico, granos finos			220,00	220,00	220,00

				E 26,25 %	E 42,1 %	E 50,0 %
	Composición	Etiqueta	Ovrg	Cantidades	Cantidades	Cantidades
3	Vitamina E	50,00	10			
	Como vitamina E seca 26,25 % SD lote 16/96-8			209,52		
	Como vitamina E seca 42,1 % SD lote 27903-076				130,64	<110
4	Ácido cítrico anhidro, gránulos medios			1300,00	1300,00	1300,00
5	Bicarbonato sódico			800,00	800,00	800,00
6	Carbonato sódico			80,00	80,00	80,00
7	Manitol MG[1]			1138,48	1217,36	1238,00
8	Aspartamo			20,00	20,00	20,00
9	Ciclamato de sodio			30,00	30,00	30,00
10	Polietilenglicol 6000 Polvo fino[2]			100,00	100,00	100,00
11	Naranja aroma Permaseal 74016-71[3]			20,00	20,00	20,00
12	Mandarina aroma Permaseal 74740-31[3]			10,00	10,00	10,00
	Peso total del comprimido			4000,00	4000,00	4000,00
Proveedores [1] Mannitol medio granular Roquette Frères, 4 rue Patou, F-59022 Lille Cédex, Francia [2] Hoechst AG, Postfach 800320 Frankfurt/Main 80, R.F.Alemania [3] Givaudan Dübendorf AG, CH-8600 Dübendorf, Suiza						

Procedimiento

I Paso 3-12 a través de tamiz de 1,00 mm y mezclar 1 y 2 durante 15 minutos comprimir en comprimidos efervescentes

Características de la fabricación de comprimidos

	E 26,25 %	E 42,1 %	E 50 %
Máquina de fabricación comprimidos	: Comprex II	: Comprex II	: Comprex II
Punzón	: FFBE 25 mm recubiertos	: FFBE 25 mm recubiertos	: FFBE 25 mm recubiertos
Fuerza de compresión	: 50 kN	50 kN	50 kN
Dureza	: 65 N	63 N	77 N
Friabilidad	: 1,0 %	1 %	1,0 %
Tiempo de desintegración	: 2 min 15 s	2 min 15 s	1 min 45 s

Resultados

Ambas muestras ensayadas dieron comprimidos para los polvos de vitamina E del 26,25 % y el 42,5 % de esta invención con características de dureza y desintegración aceptables. Sus perfiles de compresión son muy cercanos a aquellos de E 50 % CWS/F. El tiempo de desintegración no fue más de 135 s. La muestra 27903-076 que contenía un 42,5 % de vitamina E mostró mejor dureza y un tiempo de desintegración ligeramente más corto que la otra.

Al mirar visualmente la superficie del agua después de la desintegración de los comprimidos fabricados a partir de 26,25 % y 42,5 % de vitamina E, los polvos de esta invención no mostraban ninguna gotita de aceite. En contraste con ello, se veían gotitas de aceite en la superficie de agua con el producto CWS/F de vitamina E al 50 % no fabricado a partir de una composición de esta invención.

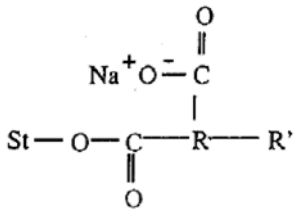
Ejemplo 6

Un champú acondicionador de vitaminas se puede elaborar usando ingredientes convencional y los métodos siguientes usando una composición en polvo de esta invención. El acetato de vitamina E se utiliza como un ejemplo: Dispersar el polvo de acetato de vitamina E en agua. Añadir el polvo de acetato de vitamina E a una mezcla de Monoamida y fitantriol. Añadir el pantenol y el pantenol de etilo. Añadir la parte 2 a la parte 1 y mezclar hasta que quede transparente. Añadir el Catón CG y el perfume. Ajustar el pH con la solución de ácido cítrico al 50 % hasta pH 6,0 a 6,8. Ajustar la viscosidad con cloruro sódico.

	Ingredientes	Designación CTFA	% en peso
Parte 1	Agua desionizada	Agua	57,05
	Monoamida 716	lauramida DEA	5,00
	DL-pantenol-50 % líquido	pantenol y agua	2,00
	25 % acetato de vitamina E en polvo	acetato de tocoferilo	0,80
	Fitantriol	fitantriol	0,10 %
Parte 2	Standapol ES-2	lauret sulfato sódico	30,00
	Mirataína CBS	cocamidopropil hidroxisultaína	3,00
Parte 3	Cloruro sódico	cloruro sódico	1,00
	Ácido cítrico solución 50 %	ácido cítrico	0,30
	Perfume	fragancia	0,20
	Kathon CG	Metilcloroisotiazolinona (y) metilisotiazolinona	0,05
			100

REIVINDICACIONES

1. Una composición en polvo que comprende gotitas de una vitamina soluble en grasa cuyas gotitas promedian de 70 a 200 nanómetros de diámetro, que se dispersan en una matriz de polisacárido modificada, en la que la cantidad de vitamina soluble en grasa es del 10 al 40 % en peso y en la que el polisacárido modificado es un almidón modificado, y el almidón modificado es un compuesto de



Fórmula 1

en la que St es un almidón, R es dimetileno o trimetileno y R' es un grupo alquilo C_5 a C_{18} o un grupo alquenilo C_5 a C_{18}.

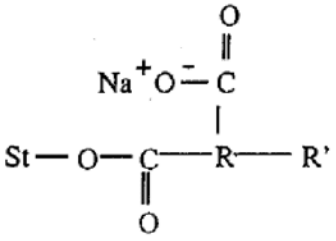
2. Una composición en polvo de la reivindicación 1 en la que

(i) las gotitas tienen un tamaño medio de 80 a 120 nanómetros de diámetro, preferentemente de 100 nm de diámetro; y
(ii) la vitamina soluble en grasa se selecciona del grupo formado por vitamina E o sus ésteres, vitamina A o sus ésteres, vitamina K y vitamina D3.

3. Una composición en polvo de la reivindicación 1 o 2 en la que la vitamina soluble en grasa es acetato de vitamina E y el polisacárido modificado es el almidón succinato de octenilo sódico.

4. Una composición en polvo de una cualquiera de las reivindicaciones 1-3 en la que la cantidad de vitamina soluble en grasa es un 25 % en peso del polvo.

5. Una composición de emulsión que comprende un 5 % a un 20 % en peso de vitamina soluble en grasa; un 30 % a un 40 % en peso de un polisacárido modificado; opcionalmente un conservante y de un 50 % a un 55 % en peso de agua, en la que las gotitas de la emulsión no tienen un diámetro superior de 70 a 200 nanómetros y en la que el polisacárido modificado es un almidón modificado y el almidón modificado es un compuesto de



Fórmula 1

en la que St es un almidón, R es dimetileno o trimetileno y R' es un grupo alquilo C_5 a C_{18} o un grupo alquenilo C_5 a C_{18}.

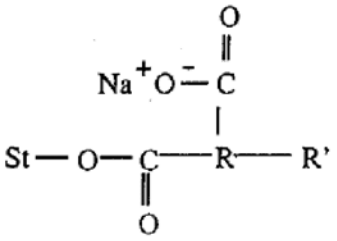
6. Una composición de emulsión de la reivindicación 5 que comprende un 7,5 % en peso a un 20 % en peso de una vitamina soluble en grasa.

7. Un comprimido efervescente que comprende un polvo de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-4.

8. Una bebida que comprende una mezcla de

(i) al menos aproximadamente un 0 a un 100 % en peso de aroma y un 0 a un 100 % en peso de zumo;
(ii) un polisacárido modificado y una cantidad nutricionalmente suplementaria de una vitamina soluble en grasa en forma de gotitas con un diámetro medio de 70 a 200 nm, preferentemente de 80 a 120 nm de diámetro; y
(iii) agua si es necesario para lograr un peso de bebida del 100 %, en la que la cantidad nutricionalmente suplementaria de vitamina es de 8 a 20 miligramos de vitamina por 240 g (8 onzas)

de bebida;
en la que el polisacárido modificado es un almidón modificado y el almidón modificado es un compuesto de



Fórmula 1

en la que St es un almidón, R es dimetileno o trimetileno y R' es un grupo alquilo C_5 a C_{18} o un grupo alquenilo C_5 a C_{18}.

9. Una bebida de la reivindicación 8 en la que la vitamina soluble en grasa se selecciona del grupo que consiste en vitamina E o sus ésteres, vitamina A o sus ésteres, vitamina K y vitamina D3.

10. Una bebida de la reivindicación 9 en la que la vitamina soluble en grasa es acetato de vitamina E y el polisacárido modificado es un almidón succinato de octenilo sódico.

11. Una bebida de una cualquiera de las reivindicaciones 8-10 que contiene un 0 % de aroma y un 0 % de zumo.

12. Una bebida de una cualquiera de las reivindicaciones 8-11 que contiene además un edulcorante.

13. Un método para elaborar una composición en polvo de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, que comprende:

a. combinar agua con el polisacárido modificado como se define en la reivindicación 1 durante un periodo de tiempo suficiente para que el polisacárido modificado se disuelva en el agua;
b. añadir una vitamina soluble en grasa a la solución de la etapa a para formar una emulsión bruta, preferentemente una emulsión bruta que tenga un contenido en sólidos de un 30 % a un 50 %, más preferentemente de un 45 %.
c. mezclar la emulsión bruta de la etapa b hasta que el tamaño de las gotitas en la emulsión sea de 1500 nm o menos;
d. emulsionar la emulsión bruta de la etapa c a una temperatura de 5 ºC a 75 ºC a una presión de aproximadamente 6,8948 x 10^7 hasta 4,13688 x 10^8 Pa (10.000 a 60.000 psi), preferentemente 1,7237 x 10^8 Pa (25.000 psi) para obtener una emulsión suplementaria de vitamina con unas gotitas con tamaños medios de 70 a 200 nm; y
e. secar la emulsión de la etapa d para obtener una composición en polvo que comprenda gotitas de una vitamina soluble en grasa con un diámetro medio de 70 a 200 nanómetros y que se dispersen en una matriz de polisacárido modificado.

Fig. 1

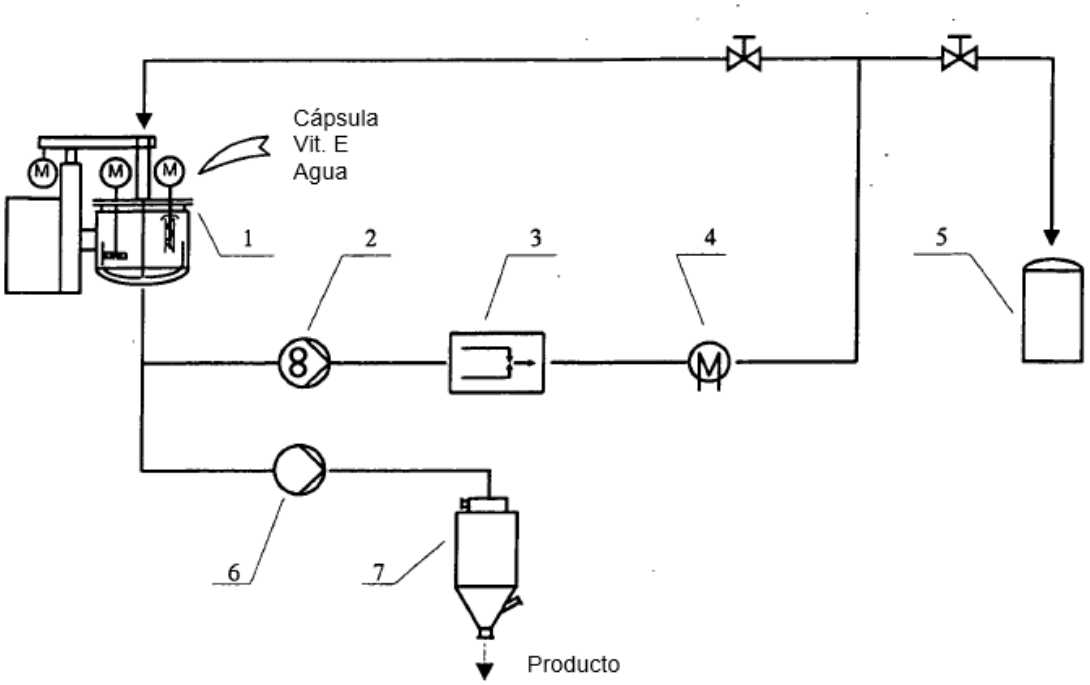
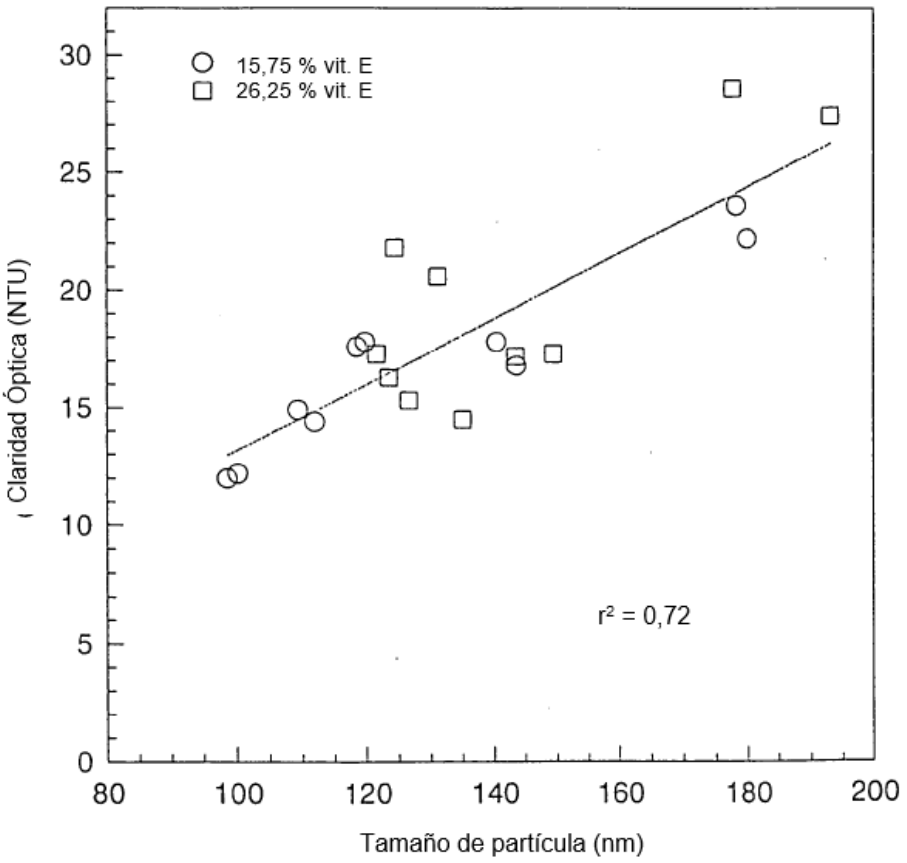


FIG. 2

El efecto del tamaño de gotita de emulsión en la claridad óptica de dispersión en agua de Vit. E 15 % SD y Vit. E 25 % SD