

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 657 648**

51 Int. Cl.:

<b>A23L 29/262</b>	(2006.01)
<b>A23C 9/154</b>	(2006.01)
<b>A23L 2/52</b>	(2006.01)
<b>A61Q 11/00</b>	(2006.01)
<b>A61K 8/73</b>	(2006.01)
<b>A61Q 19/00</b>	(2006.01)
<b>A61K 8/02</b>	(2006.01)
<b>B01J 13/00</b>	(2006.01)

12

### TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.10.2012 PCT/US2012/000482**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **11.04.2013 WO13052118**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.10.2012 E 12838609 (1)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.03.2017 EP 2764045**

54 Título: **Composición estabilizadora de celulosa microcristalina y carboximetilcelulosa co-reducida, método para elaborarla y usos**

30 Prioridad:

**05.10.2011 US 201161543660 P**

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

**06.03.2018**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**TAN, ZHENG;  
LYNCH, MAURICE GERARD;  
RUSZKAY, THOMAS y  
SESTRICK, MICHAEL**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

**ES 2 657 648 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Composición estabilizadora de celulosa microcristalina y carboximetilcelulosa co-reducida, método para elaborarla y usos

Campo de la invención

- 5 La invención se refiere a métodos para elaborar composiciones de celulosa microcristalina: carboximetilcelulosa para uso como un estabilizador y dispersante en medio acuoso de ciertos materiales secos en polvo, particularmente en aplicaciones alimenticias.

Antecedentes de la invención

- 10 La celulosa microcristalina, también conocida como MCC o gel de celulosa, se utiliza comúnmente en la industria alimenticia para mejorar las propiedades o atributos de un producto alimenticio final. Por ejemplo, se ha utilizado como un aglutinante y estabilizador en aplicaciones alimenticias, que incluyen bebidas, y como estabilizadores. También se ha utilizado como un aglutinante y disgregante en comprimidos farmacéuticos, como agente de suspensión en formulaciones farmacéuticas líquidas, y como aglutinantes, disgregantes, y coadyuvantes de proceso en aplicaciones industriales, en productos domésticos tales como tabletas de detergentes y/o blanqueadores, en  
15 formulaciones agrícolas, y en productos de cuidado personal tales como dentífricos y cosméticos.

- La celulosa microcristalina se produce al tratar una fuente de celulosa, preferiblemente celulosa alfa en la forma de pulpa a partir de materiales vegetales fibrosos, con un ácido mineral, preferiblemente ácido clorhídrico (hidrólisis de ácido). El ácido ataca selectivamente las regiones menos ordenadas de la cadena de polímero de celulosa exponiendo y liberando de esta manera los sitios cristalinos que forman agregados de cristallitos que constituyen la  
20 celulosa microcristalina. Estos luego se separan de la mezcla de reacción, y se lavan para eliminar subproductos degradados. La masa húmeda resultante, generalmente contiene 40 a 60 por ciento de humedad, se refiere en la técnica por diversos nombres, que incluyen 'celulosa hidrolizada', 'torta húmeda de celulosa hidrolizada', 'celulosa DP nivelada', 'torta húmeda de celulosa microcristalina', o simplemente 'torta húmeda'.

- El proceso clásico para la producción de MCC es la hidrólisis de ácido de la celulosa purificada, iniciado por O. A. Battista (Patente Estadounidense 2,978,446; 3,023,104; y (Publicación de Patente Mundial WO 01/0244; Schaible et al.) e hidrólisis parcial de una celulosa semicristalina y licor de reacción de agua en un reactor presurizado con oxígeno y/o gas de dióxido de carbono y que opera a 100 a 200°C (Patente Estadounidense 5,543,511; Bergfeld et al.). El documento US 2011/143009 A1 divulga composiciones que comprenden MCC, un éter de celulosa soluble en agua (particularmente CMC) que tiene un grado de sustitución (DS) de 0.6-1.5, y una sal. También se describen  
25 métodos para elaborar dichas composiciones y productos alimenticios comestibles y suspensiones industriales formadas a partir de estas composiciones.

- Se ha modificado la celulosa microcristalina y/o torta húmeda de celulosa hidrolizada para una variedad de usos. En productos alimenticios se utiliza como un agente gelificante, un espesante sustituto de grasa y/o relleno no calórico, y como un estabilizador de suspensión y/o texturizador. También se ha utilizado como un estabilizador de emulsión y  
35 agente de suspensión en lociones y cremas farmacéuticas y cosméticas. La modificación para dichos usos se lleva a cabo al someter celulosa microcristalina o torta húmeda a fuerzas de atrición intensa (de alto corte) como resultado de que los cristallitos se subdividen sustancialmente para producir partículas finamente divididas. Sin embargo, cuando se reduce el tamaño de partícula, las partículas individuales tienden a aglomerarse u hornificar luego de secado. Un coloide protector (tal como carboximetilcelulosa de sodio (CMC)) se puede agregar durante atrición o después de atrición pero antes del secado. El coloide protector total o parcialmente neutraliza el hidrógeno u otras fuerzas de enlace entre las partículas de tamaño más pequeño. La celulosa microcristalina coloidal, tal como la carboximetilcelulosa- celulosa microcristalina recubierta descrita en la Patente Estadounidense 3539365 (Durand et al.). Este aditivo también facilita la redispersión del material después del secado. El material resultante se denomina con frecuencia como celulosa microcristalina reducida o celulosa microcristalina coloidal.

- 45 Al ser dispersada en agua, la celulosa microcristalina coloidal forma geles tixotrópicos blancos, opacos, con partículas de celulosa microcristalina menores de 1 micra de tamaño. La FMC Corporation (Filadelfia, PA, EE.UU.) fabrica y vende diversos grados de este producto que comprenden celulosa microcristalina coprocesada y carboximetilcelulosa de sodio bajo las denominaciones de, entre otros, AVICEL® y GELSTAR®.

- Sin embargo, subsiste la necesidad, de un método para fabricación de una composición de celulosa microcristalina coloidal: carboximetilcelulosa con estabilización mejorada, mejora de la resistencia del gel G', y otras propiedades reológicas deseables útiles en una variedad de aplicaciones, y particularmente en productos alimenticios.

Resumen de la invención

- 55 La presente invención proporciona un método para elaborar una celulosa microcristalina coloide así como también la composición estabilizadora de la reivindicación 1. El producto de la invención resultante exhibe una alta resistencia de gel G' de más de 20 Pa, preferiblemente mayor de 40 Pa, y es útil como un estabilizador y dispersante en productos alimenticios comestibles.

5 El método de la presente invención comprende extrudir con suficiente intensidad de atrición una mezcla que comprende i) una torta húmeda de celulosa microcristalina que tiene un contenido de sólidos de por lo menos aproximadamente 42%; y ii) una carboximetilcelulosa que tiene un grado de sustitución de 0.45 a 0.85, en la que la relación en peso de celulosa microcristalina con carboximetilcelulosa es desde 95:5 hasta 70:30 de el peso combinado de los sólidos. Una realización utiliza una relación de peso particular de torta húmeda de celulosa microcristalina a carboximetilcelulosa de 85:15. La mezcla se extrude con tratamiento de alto corte /alta compresión y se seca el producto.

10 Si la carboximetilcelulosa utilizada tiene una baja viscosidad que varía desde 10 hasta 200 cps, preferiblemente desde 10 hasta 100 cps, y más preferiblemente desde 30 hasta 60 cps, el producto elaborado de esta manera y luego de dispersión en agua a 2.6% de sólidos exhibe a) una viscosidad inicial de por lo menos 750 cps, más preferiblemente 1000 a 3000 cps, b) una viscosidad ajustada después de 24 horas de por lo menos 2900 cps, más preferiblemente 3000 a 7500 cps, más preferiblemente, 3000 a 7200 cps, y c) una resistencia de gel G' de por lo menos 20 Pa, preferiblemente de por lo menos 25 Pa, y más preferiblemente de 30 Pa a 100 Pa.

15 Si la carboximetilcelulosa utilizada tiene una viscosidad media que varía desde 200 a 4000 cps, preferiblemente desde 200 hasta 3000 cps, y más preferiblemente desde 300 hasta 900 cps, el producto elaborado de esta manera y luego de dispersión en agua a 2.6% de sólidos, exhibe a) una viscosidad inicial de por lo menos 1000 cps, por lo menos 2000 cps, preferiblemente por lo menos 2500, y más preferiblemente 2500-4500 cps, b) una viscosidad ajustada después de 24 horas de por lo menos 3500 cps, preferiblemente 3500-7500 cps, y c) una resistencia de gel G' de por lo menos 40 Pa, y preferiblemente de 40 a 100 Pa.

20 El contenido de sólidos de la torta húmeda de celulosa microcristalina es por lo menos aproximadamente 42% a 60%, preferiblemente desde 42.5% hasta 55%, y, más preferiblemente, por lo menos aproximadamente 42.5% a 50%. El material de torta húmeda de celulosa microcristalina opcionalmente puede ser más susceptible a la co-atrición con tiempo de cocción extendido o tratamientos químicos o mecánicos antes de co-procesamiento.

25 La carboximetilcelulosa tiene un grado de sustitución de 0.45 a 0.85, más preferiblemente de 0.45 a 0.80, y aún más preferiblemente de aproximadamente 0.7. En otra realización, la carboximetilcelulosa es una carboximetilcelulosa alcalina, aún más preferiblemente carboximetilcelulosa de sodio.

30 Las realizaciones adicionales abarcan un producto alimenticio que comprende la composición estabilizadora producida por los métodos divulgados. Una realización adicional abarca una suspensión que comprende la composición estabilizadora adaptada para uso en productos farmacéuticos, productos nutracéuticos, productos para el cuidado de la salud, productos cosméticos, productos de cuidado personal, productos de consumo, productos agrícolas, o formulaciones químicas.

Otras características y ventajas de las realizaciones anteriores serán evidentes a partir de la siguiente descripción detallada y de las reivindicaciones. Las realizaciones divulgadas son solo de ejemplo y explicativas y no se deben considerar restrictivas de la invención.

35 Descripción detallada de las realizaciones preferidas

40 La presente divulgación abarca una celulosa microcristalina coloide dispersable en agua elaborada de por lo menos 42% de sólidos de torta húmeda co-reducida con una carboximetilcelulosa de un grado bajo de sustitución (DS). El producto, cuando se utiliza una carboximetilcelulosa de baja viscosidad, proporciona alta resistencia de gel G' de más de 20 Pa (cuando se mide como una dispersión del 2.6% en agua) y es útil como un estabilizador en productos alimenticios comestibles. El producto, cuando se utiliza una viscosidad media carboximetilcelulosa, proporciona alta resistencia de gel G' de más de 40 Pa (cuando se mide como una dispersión del 2.6% en agua) y es útil como un estabilizador en productos alimenticios comestibles.

45 "Coloide" y "coloidal" se utilizan de manera intercambiable en la especificación para definir partículas que se pueden suspender en una mezcla. Como se conoce por aquellos medianamente expertos en la técnica, las partículas coloidales tienen un tamaño de partícula promedio determinado, por ejemplo, del orden de aproximadamente 0.1 a 10 micras. Las partículas coloidales descritas aquí pueden tener cualquier tamaño de partícula adecuado, siempre que sean capaces de formar suspensiones coloidales.

50 "Gel" se refiere a un material blando, sólido o de tipo sólido que consiste de por lo menos dos componentes, uno de los cuales es un líquido presente en abundancia (Almdal, K., Dyre, J., Hvidt, S., Kramer, O.; Towards a phenomenological definition of the term 'gel'. Polymer and Gel Networks 1993, 1, 5-17).

55 "La resistencia a gel G" se refiere a la energía almacenada de manera reversible del sistema (el módulo elástico G') y con relación a las composiciones aquí es una función de la concentración de celulosa. La medición se realiza con un reómetro de TA-Instruments (ARES-RFS3) con barrido de deformación oscilatoria a 1 Hz y a 20°C, con el tamaño de hueco a 1.8 mm. La prueba se realiza 24 horas ajustada a una dispersión de sólidos al 2.6% de la composición en agua desionizada.

La prueba de viscosidad Brookfield se utiliza para obtener una viscosidad inicial de las composiciones activadas (dispersión de sólidos al 2.6% del material en agua desionizada) y se repite para obtener la viscosidad después de 24 horas. Un viscosímetro RVT, con un husillo apropiado, se utiliza a 20 rpm, a 20° a 23°C.

5 Se proporcionan métodos para fomar las composiciones. Los métodos incluyen mezclar una carboximetilcelulosa soluble en agua que tiene un bajo grado de sustitución con torta húmeda de celulosa microcristalina de por lo menos 42% de sólidos, en la que la relación en peso de la celulosa microcristalina a carboximetilcelulosa es aproximadamente 95:5 a aproximadamente 70:30. Una relación de peso particular de la celulosa microcristalina a la carboximetilcelulosa es aproximadamente 90:10 a aproximadamente 70:30; una relación de peso más particular de la celulosa microcristalina a la carboximetilcelulosa es aproximadamente 90:10 a aproximadamente 80:20. En una  
10 realización, la relación de peso particular es 85:15.

La mezcla húmeda se extrude con una intensidad suficiente para efectuar la mezcla íntima para lograr suficiente co-  
atracción e interacción celulosa microcristalina: carboximetilcelulosa entre los componentes. Como se utiliza en esta  
15 especificación, los términos "reducida" y "atracción" se utilizan indistintamente para referirse a un proceso que reduce efectivamente el tamaño de por lo menos algunas, si no todas las partículas a un tamaño coloidal. El procesamiento es un proceso mecánico que introduce fuerza de corte, ya sea a una torta húmeda de MCC antes de la mezcla con CMC o a una mezcla de torta húmeda de MCC y CMC. La "co-atracción" se utiliza para referirse a las aplicaciones de fuerzas de corte elevadas a una mezcla del componente de MCC y CMC. Se pueden obtener condiciones de atracción adecuadas, por ejemplo, por co-extrusión, molienda, o amasado.

20 El producto extrudido se puede secar o dispersar en agua para formar una lechada. La lechada se puede homogeneizar y se seca, preferiblemente se seca por pulverización. Los procesos de secado distintos de secado por pulverización incluyen, por ejemplo, secado en lecho fluidizado, secado en tambor, secado a granel, y secado instantáneo. Las partículas secas formadas a partir del secado por pulverización se pueden reconstituir en un medio o solución acuosa deseada para formar las composiciones, productos alimenticios comestibles, y aplicaciones industriales descritas aquí.

25 Las extrusiones MCC: CMC divulgadas aquí se realizan a alta intensidad con alto corte y alta compresión, de tal manera que el producto MCC coloidal resultante se reduce suficientemente. Como se utiliza aquí, "fuerza de corte" se refiere a una acción que resulta de la fuerza aplicada que provoca o tiende a provocar dos partes contiguas de una mezcla para deslizarse una con respecto a la otra en una dirección generalmente paralela a su plano de  
30 contacto. La cantidad de fuerza aplicada debe ser suficiente para crear asociaciones entre las partículas de celulosa microcristalina y la carboximetilcelulosa. Si la fuerza aplicada es insuficiente, los componentes siguen siendo demasiado "resbaladizos" para transferir la fuerza de corte aplicada al material o mezcla para lograr asociaciones íntimas. En ese caso, la fuerza de corte se disipa principalmente en forma de energía mecánica por acción de deslizamiento. Se puede utilizar cualquier medio para aumentar la intensidad de extrusión, que incluye, pero no se limita a, diseños de la extrusora, duración/pases de extrusiones, extrusión con auxiliares de atracción, que incluyen  
35 todos los mencionados por la Patente de FMC, Patente Estadounidense 6,037,380 (Venables et al.), de alto corte/altos niveles de sólidos, y agentes antideslizantes.

Una forma preferida de llevar a cabo una alta intensidad de extrusión controla el nivel de sólidos de la Una forma efectiva torta húmeda de celulosa microcristalina que se va a extrudir. Un nivel de sólidos de torta húmeda por debajo de aproximadamente 41% produce una MCC coloidal con una viscosidad de gel dada y resistencia de gel G'.  
40 Sin embargo, si el contenido de sólidos de torta húmeda es mayor de aproximadamente 42%, el producto de MCC coloidal final muestra un aumento significativo en la resistencia de gel G'. El rango comprensivo del nivel de sólidos de torta húmeda efectivo está entre aproximadamente 42% a 60%, preferiblemente 42.5% a 60%, más preferiblemente 42.5% a 55%, y aún más preferiblemente 43% a 50%.

45 Las estrategias para aumentar el contenido de sólidos de torta húmeda incluyen, pero no se limitan a, mejor eliminación de agua durante el lavado/filtrado con más áreas de superficie de vacío/filtro/prensado/filtro, evaporación en línea del agua de la torta húmeda antes de adición de CMC mediante calentamiento de vapor, flujos de aire caliente, irradiación de infrarrojos, y calentamiento RF/microondas. Otra estrategia consiste en agregar MCC seca (o sólidos mayores) (o MCC coloidal como polvos de Avicel RC591 o Avicel CL611) en la torta húmeda, aumentando de esta manera el contenido de sólidos de MCC total de la composición.

50 La intensidad de extrusión/atrición mejorada se puede realizar con tiempo de residencia de extrusión extendida (o más pases), y también se puede conseguir al enfriar la temperatura de extrusión. El uso de cualesquier refrigerantes comunes se incluye en las realizaciones de la invención, e incluye, pero no se limita a, enfriamiento por agua, y enfriamiento por amoníaco.

55 En otra realización, suficiente extrusión/atrición se puede lograr en dos o más etapas separadas. Por ejemplo, la torta húmeda de MCC primero se puede extrudir/reducir y luego seguir por adición de CMC y extrusión/atrición. Además de los diversos tipos de extrusores como se practica en la fabricación de MCC actual, equipos para reducir la torta húmeda de MCC o MCC: CMC incluyen rodillos/correas de compresión, rodillos de calandrado, discos de refinador mecánico, refinadores de ultrasonido, homogeneizadores de alta presión (que incluyen dispositivos de microfluidos), de mezcladores planetarios de alta compresión, y dispositivos de ondas de choque/cavitación.

Torta húmeda de celulosa microcristalina:

5 Se puede emplear MCC de cualquier fuente en los métodos. Los materiales de alimentación adecuados de los cuales se puede obtener MCC incluyen, por ejemplo, pulpa de madera [tal como sulfito blanqueado y pulpas de sulfato], cáscaras de maíz, bagazo, paja, algodón, borra de algodón, lino, cáñamo, ramio, algas, celulosa, y celulosa fermentada. Los materiales de alimentación adicionales incluyen madera blanda blanqueada pulpas de kraft, pulpas de kraft de madera dura blanqueada, pulpas kraft de eucalipto blanqueadas, pulpas de papel, pulpas de pelusa, pulpas de disolución, y pulpas celulósicas no de madera blanqueadas. En una realización, la MCC utilizada es aprobada para el consumo humano por la Administración de Fármacos y Alimentos de los Estados Unidos.

10 Si se desea, la MCC se puede elaborar de una pulpa de bajo coste o mezclas de pulpa de baja coste y pulpa especial. Si se desea una mezcla, entonces, por ejemplo, 30-80% de la MCC total puede ser elaborada de pulpa de bajo coste, y el contenido coloidal del producto MCC resultante puede ser por lo menos 60%. Ejemplos de pulpa de bajo coste incluyen cualquier pulpa de grado de papel y pulpa de pelusa, tal como Pulpa de Kraft de Madera Blanda Blanqueada del Sur, Pulpa de Madera Blanda Blanqueada del Norte, Pulpa de Kraft de Eucalipto Blanqueada, Pulpa de Madera Dura Blanqueada, Pulpas de Sulfito Blanqueadas, Pulpas de Soda Blanqueadas, y pulpas distintas de madera blanqueadas. Las pulpas específicas de bajo coste que incluyen pulpa de CPH de Weyerhaeuser y pulpas de disolución de grado viscoso.

15 Los tratamientos químicos o mecánicos hacen la MCC más susceptible a intensidad de extrusión/atrición. Por ejemplo, durante MCC hidrólisis de ácido de cocción (o después de cocción en ácido de MCC), la suspensión de MCC se puede tratar con peróxido, ácido peracético, ácido per fórmico, persulfato, o oxona a pH ácido. El proceso de hidrólisis de ácido para elaborar MCC también se puede mejorar con otros aditivos (tales como sales de hierro, es decir, cloruro férrico). Otro método es extender el tiempo de cocción de la hidrólisis de ácido MCC como se muestra en el Ejemplo 5. El efecto del tiempo de cocción extendida también se puede lograr al variar otras condiciones de hidrólisis de ácido, que incluyen una concentración de ácido más alta y/o aumento de la temperatura de cocción.

20 Las técnicas divulgadas para reforzar el contenido de sólidos de torta húmeda de MCC y variar mecánicamente o químicamente el tratamiento de la MCC se puede combinar para aumentar la resistencia del gel G' del producto final más que mediante el uso de cualquier técnica sola.

Carboximetilcelulosa:

La carboximetilcelulosa comprende una carboximetilcelulosa de metal alcalino, por ejemplo, CMC de sodio, potasio, o amonio. Aún más preferiblemente, la carboximetilcelulosa es CMC de sodio.

30 La CMC se caracteriza por, entre otras cosas, el grado de sustitución (DS) que está presente. El grado de sustitución representa el número promedio de grupos hidroxilo sustituidos por unidad de anhidroglucosa. Por ejemplo, en CMC, cada unidad de anhidroglucosa contiene tres grupos hidroxilo, lo que da una CMC máxima de DS teórico de 3.0.

35 La CMC también se caracteriza por, entre otras cosas, viscosidad, medida en una solución acuosa al 2%, a 25°C (Brookfield). La CMC de "baja viscosidad" tiene un rango de 10 a 200 cps (60 rpm). Una CMC de "baja viscosidad" particular, tiene un rango de 10-100 cps, y una CMC de "baja viscosidad" más particular tiene un rango de 30-60 cps. La CMC de "media viscosidad" tiene un rango de 200 a 4.000 cps (30 rpm). Una CMC de "media viscosidad" particular tiene un rango de 200-3000 cps, y una CMC de "media viscosidad" más particular tiene un rango de 300-900 cps. Dos carboximetilcelulosas disponibles comercialmente son AQUALON®7LF (baja viscosidad) y AQUALON®7MF (media viscosidad), ambas con un DS de 0.7, que es un promedio de 7 grupos carboximetilo por cada 10 unidades de anhidroglucosa (Ashland, Inc., Wilmington, DE, EE.UU.).

40 Las carboximetilcelulosas contempladas para uso en los presentes métodos tienen un grado de sustitución de 0.45 a 0.85. En algunas realizaciones, la carboximetilcelulosa tiene un grado de sustitución de 0.45 a 0.80. En todavía otras realizaciones, la carboximetilcelulosa tiene un grado de sustitución de 0.7.

Composiciones de MCC coloidal: CMC:

45 Las composiciones de MCC:CMC coloidal divulgadas se basan en bajos grados de sustitución CMC y por lo menos 42% de contenido de sólidos de torta húmeda de MCC que tienen resistencia de gel G' significativamente mejorada, así como también índices reológicos mejorados tales como viscosidad y contenido coloidal. En dichos casos cuando solo se utiliza CMC de baja viscosidad/DS en las composiciones de MCC:CMC coloidal, la resistencia de gel G' (dispersión en agua a 2.6% de sólidos) es por lo menos 20 Pa, preferiblemente por lo menos 25 Pa, y más preferiblemente por lo menos 30 Pa. En otras realizaciones, la resistencia de gel G' puede estar entre 30-100 Pa. En el caso de composiciones de MCC:CMC coloidal con base en CMC de viscosidad media/DS bajo, la resistencia de gel G' es por lo menos 35 Pa, y más particularmente es por lo menos 40 Pa.

55 Material Comparativo 1: El AVICEL®CL611 es una MCC coloidal disponible comercialmente que utiliza una CMC de baja viscosidad con un DS que varía desde 0.45 hasta 0.8. Cuando se produce utilizando secado a granel en ligar de secado por pulverización, el material se identifica como AVICEL®CL612. Este se fabrica por FMC Corporation, Filadelfia, PA. Cuando se dispersa en agua desionizada, a 2.6% de sólidos, exhibe a temperatura ambiente una

viscosidad Brookfield inicial de 50-151 cps y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 2500 cps. Cuando se mide 2.6% de dispersión de sólidos por un Reómetro de Texas Instruments después de configuración de 24 horas, exhibe una resistencia de gel G' de 9 Pa. Se obtiene un contenido coloidal de 77%, que se determina mediante centrifugación de la dispersión en agua a 8250 rpm durante 15 minutos seguido por análisis gravimétrico de la porción de sobrenadante seca.

Material Comparativo 2: Este es una MCC coloidal a base de una CMC con un DS que varía desde 0.9-1.5. Este se fabrica por FMC Corporation, Filadelfia, PA. Cuando se dispersa en agua desionizada, a 2.6% de sólidos, exhibe a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 1650 cps, y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 3250 cps. Cuando se mide 2.6% de dispersión de sólidos por un Reómetro de Texas Instruments después de configuración de 24 horas, exhibe una resistencia de gel G' de 15 Pa. Se obtiene un contenido coloidal de 80%, que se determina mediante centrifugación de la dispersión en agua a 8250 rpm durante 15 minutos seguido por análisis gravimétrico de la porción de sobrenadante seca.

Material Comparativo 3: El AVICEL®RC-591 es una MCC coloidal dispersable que comprende una CMC de viscosidad media/DS bajo. Este se fabrica por FMC Corporation, Filadelfia, PA. Se utiliza en alimentos y suspensiones farmacéuticas para regular y modificar la viscosidad y por sus características tixotrópicas. Es estable al calor y congelamiento-descongelamiento, tiene estabilidad de vida útil larga, es estable en el rango de pH 4-11, y es inodoro/insípido.

Cuando se dispersa en agua desionizada, a 1.2% de sólidos, exhibe a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 40-175 cps, y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 900 a 1600 cps. Cuando se mide 1.2% de dispersión de sólidos por un Reómetro de Texas Instruments después de configuración de 24 horas, exhibe una resistencia de gel G' de 23 Pa. Cuando se dispersa a 2.6% de sólidos en agua, el material exhibe una resistencia de gel G' de 30 Pa.

Si se desea, la composición estabilizadora de la presente invención puede ser una mezcla de la celulosa microcristalina y carboximetilcelulosas de baja viscosidad y viscosidad media que tienen un grado de sustitución de 0.45-0.85, en la que la relación en peso de la celulosa microcristalina y las carboximetilcelulosas combinadas es desde 95:5 hasta 70:30. Luego de dispersión en agua a 2.6% de sólidos, dicha mezcla puede tener una viscosidad inicial de por lo menos 2000 cps, una viscosidad ajustada de por lo menos 3500 cps, y una resistencia al gel ajustada G' de por lo menos 40 Pa.

Aplicaciones:

Se divulgan productos alimenticios comestibles que se forman a partir de las presentes composiciones. Estos productos alimenticios pueden incluir emulsiones, bebidas, salsas, sopas, jarabes, aderezos, películas, leches y productos lácteos y no lácteos, postres congelados, alimento cultivados, relleno de panaderías, y crema de panadería. Los productos alimenticios comestibles adicionalmente pueden comprender material comestible y aditivos, que incluyen proteínas, jugos de frutas y hortalizas, pulpas de frutas y hortalizas, sustancias aromatizadas con frutas o cualquier combinación de las mismas.

Estos productos alimenticios pueden incluir también otros ingredientes comestibles tales como, por ejemplo, sales minerales, fuentes de proteínas, acidulantes, edulcorantes, agentes de regulación, modificadores del pH, sales estabilizantes, o una combinación de los mismos. Aquellos expertos en la técnica reconocerán que también se puede agregar cualquier número de otros componentes comestibles, por ejemplo, aromatizantes adicionales, colorantes, conservantes, reguladores de pH, suplementos nutricionales, auxiliares de proceso, y similares. Los ingredientes comestibles adicionales pueden ser solubles o insolubles, y, si es insoluble, se puede suspender en el producto alimenticio. El ajuste de rutina de la composición está totalmente dentro de las capacidades de un experto en la técnica y está dentro del alcance y la intención de la presente invención. Estos productos alimenticios comestibles pueden ser productos secos de la mezcla (salsas instantáneas, salsas, sopas, bebidas de cacao instantáneas, etc.), sistemas lácteos de pH bajo (crema agria/yogur, bebidas de yogur, yogur congelado estabilizados, etc.), productos horneados, y como agente de carga en sistemas alimentarios no acuosos y en sistemas de alimentos de baja humedad.

Los jugos adecuados que incorporan la composición de estabilizador incluyen jugos de fruta (que incluyen pero no se limitan a jugo de limón, jugo de lima y jugo de naranja, que incluyen variaciones tales como limonada, jugo de lima, o naranjada, y jugos de uva blanca y roja, jugo de pomelo, jugo de manzana, jugo de pera, jugo de arándanos agrios, jugo de arándanos, jugo de frambuesa, jugo de cereza, jugo de piña, jugo de granada, jugo de mango, jugo de albaricoque o néctar, jugo de fresa, y el jugo de kiwi) o jugos de hortalizas (que incluyen, pero no se limita jugo de tomate, jugo de zanahoria, jugo de apio, jugo de remolacha, jugo de perejil, jugo de espinaca, y jugo de lechuga). Los jugos pueden tener cualquier forma, que incluyen o formas líquida, sólida, semisólida, tales como geles u otros concentrados, helados o sorbetes, o polvos, y también pueden contener sólidos suspendidos. En otra realización, se pueden utilizar sustancias con sabor a frutas u otras sustancias azucaradas, que incluyen, naturalmente, con sabor, sabor artificial, o aquellas con otros sabores naturales ("WONF"), en lugar de jugo de fruta. Dichas sustancias con sabor a fruta también pueden estar en forma de líquidos, sólidos o semisólidos, tales como polvos, geles u otros concentrados, helados, sorbetes, y también pueden contener sólidos suspendidos.

Las proteínas adecuadas para los productos alimenticios comestibles que incorporan las composiciones de estabilizador incluyen proteínas y aminoácidos para alimentos, que pueden ser beneficiosos para los mamíferos, pájaros, reptiles, y peces. Las proteínas de los alimentos incluyen proteínas animales o vegetales y fracciones o derivados de los mismos. Las proteínas derivadas de animales incluyen leche y derivados de productos de leche, tales como crema de leche, crema ligera, leche entera, leche baja en grasa, leche desnatada, leche fortificada que incluye leche fortificada con proteína, leche procesada y productos lácteos que incluyen leche sobrecalentada y/o condensada, azucarada o sin azúcar para la piel o leche entera, leche seca en polvo que incluye leche entera en polvo y leche descremada en polvo (NFDM), caseína y caseinatos, suero de leche y productos derivados de suero tales como concentrado de suero, suero de leche sin lactosa, suero de leche desmineralizado, aislado de proteína de suero de leche. También se pueden utilizar huevo y proteínas derivadas del huevo. Las proteínas derivadas de vegetales incluyen nuez y proteínas derivadas de nuez, sorgo, leguminosas y proteínas derivadas de leguminosas tales como productos de soja y derivados de derivadas tales como soja fresca sin tratar, soja fluida, concentrado de soja, aislado de soja, harina de soja, y proteínas de arroz, y todas las formas y fracciones de los mismos. Se pueden utilizar proteínas de alimentos en cualquier forma disponible, que incluyen líquido, condensada, o en polvo. Cuando se utiliza una fuente de proteína en polvo, sin embargo, puede ser deseable prehidratar la fuente de proteína antes de la mezcla con las composiciones estabilizadoras y jugo para mayor estabilidad de la bebida resultante. Cuando se agrega proteína en combinación con un jugo de fruta o verdura, la cantidad utilizada dependerá del resultado final deseado. Las cantidades típicas de proteína varían de 1 a 20 gramos por porción de 8 onzas. de los productos alimenticios resultantes estables comestibles, tales como bebidas, pero puede ser mayor dependiendo de la aplicación.

Otros productos y aplicaciones para los cuales se pueden utilizar las presentes composiciones incluyen aplicaciones industriales no alimenticia. En algunas realizaciones, las presentes composiciones están adaptadas para su uso como un producto farmacéutico, producto veterinario, producto nutracéutico, producto cosmético, producto para el cuidado personal, producto de consumo, productos agrícolas, o en formulaciones químicas. Algunos ejemplos incluyen excipientes para comprimidos masticables, que proporcionan enmascaramiento del sabor para fármacos activos (tales como APAP, aspirina, ibuprofeno, etc.); agentes de suspensión; agentes de liberación controlada en aplicaciones farmacéuticas; sistemas de suministro para agentes aromatizantes e ingredientes nutracéuticos; agentes de liberación sostenida de compresión directa, que se pueden utilizar como formas de dosificación farmacéuticas tales como comprimidos, películas, y suspensiones; espesantes, que se pueden utilizar en espumas, cremas y lociones para aplicaciones de cuidado personal; agentes de suspensión, que se pueden utilizar con pigmentos y cargas en cerámica, colorantes, cosméticos y para el cuidado oral; materiales como cerámica; sistemas de suministro para pesticidas que incluyen insecticidas; y otros productos agrícolas.

En ciertas realizaciones, las composiciones se formulan como mezclas secas. Las mezclas secas son intermedios adecuados que se pueden dosificar y se dispersan con otros ingredientes que incluyen surfactantes, rellenos, o sustancias activas. Se agregan agua suficiente y agitación con calor según sea apropiado para activar el estabilizador en un producto alimenticio deseado, producto farmacéutico, producto nutracéutico, producto para el cuidado personal, producto cosmético, producto de consumo, productos agrícolas, o formulación química.

Los agentes surfactantes adecuados incluyen, pero no se limitan a, iónico o no iónico con un HLB de 1 a 40. Las sustancias activas se pueden agregar a las composiciones e incluyen, pero no se limitan a, por lo menos una de un agente nutracéutico, una vitamina, un mineral, un agente colorante, un edulcorante, un saborizante, una fragancia, un agente estimulante salival, un alimento, un agente para el cuidado oral, un agente para refrescar el aliento, un agente farmacéutico activo, agrícola activo, terapéutico, agente cosmético, químico, regulador, o modificador de pH. Las sustancias activas se pueden encapsular o procesar o tratar de otra manera para modificar sus propiedades de liberación.

En algunas realizaciones, los productos alimenticios comestibles divulgados han mejorado la estabilidad en almacenamiento y, por lo tanto, un mayor atractivo comercial. Las composiciones estables son aquellas que exhiben niveles aceptables de estabilidad en almacenamiento. Se entiende que estabilidad en almacenamiento significa por lo menos una o más de las siguientes características del producto sobre la vida útil deseada del producto: en sistemas líquidos -- suspensión con mínima o ninguna sedimentación, mínima o ninguna separación de suero, mínima o ninguna formación de crema, mínima o sin moteado, ausencia de ondulación, ausencia de geles o gelificación localizada; en sistemas de forma sólida, semisólida, gel, espuma o película -- mínima o ninguna separación de suero, desaireación o coalescencia; y, además, para sistemas congelados -- reducción o evitación del crecimiento en tamaño o número de cristales de hielo. Como se utiliza en la descripción anterior, sedimentación mínima significa que cualquier sedimento que existe está presente como sedimento suelto, que puede ser fácilmente sacudido de nuevo en el sistema. Como se utiliza en la descripción anterior, separación del suero mínima significa que está presente menos de 5 mm de suero cuando el sistema líquido es visto en un matraz de 250 ml. En algunas realizaciones, los productos alimenticios comestibles pueden tener capacidad de almacenamiento mejorada sin la necesidad de estabilizadores adjuntos (fuera de las carboximetilcelulosas utilizadas en las composiciones). Por ejemplo, algunas salsas que carecen de un estabilizador de complemento, tales como goma de xantano, se muestran para mantener la viscosidad relativa durante períodos prolongados de tiempo, que en algunos casos es de por lo menos seis meses.

Las composiciones de bebida finales se pueden procesar mediante tratamiento por calor en cualquier número de maneras. Estos métodos pueden incluir, pero no se limitan a, pasteurización, ultra pasteurización, pasteurización de corto tiempo a alta temperatura ("HTST"), y ultra pasteurización a alta temperatura ("UHT"). Estas composiciones de bebidas también se pueden procesar en retorta, ya sea por procesamiento de retorta rotativo o estático. Algunas composiciones, tales como jugos agregados o refrescos con sabor natural o artificial también se pueden procesar en frío. Muchos de estos procesos también pueden incorporar homogeneización u otros métodos de alto corte/alta compresión. También pueden haber composiciones co-secadas, que se pueden preparar en forma de mezcla en seco, y luego convenientemente reconstituir para el consumo según sea necesario. Las composiciones de bebida resultantes se pueden refrigerar y almacenar para un período comercialmente aceptable de tiempo. En la alternativa, las bebidas resultantes se pueden almacenar a temperatura ambiente, siempre que se llenen en condiciones asépticas.

Con el fin de describir la invención con más detalle, los siguientes son ejemplos no limitantes de la invención. Los ejemplos también ilustran cómo, utilizando las composiciones de las invenciones en productos acabados, se debe tener en cuenta los muchos factores de formulación diferentes y diversos que determinan la naturaleza y la calidad del producto en particular que se va a preparar.

**EJEMPLOS:**

Ejemplo 1: Uso de 43% de torta húmeda en sólidos para elaborar MCC: CMC coloidal

Se obtuvo torta húmeda de MCC mediante cocción de hidrólisis de ácido de la instalación FMC (Newark, DE, EE.UU.). Se deshidrató a un nivel de sólidos de 43%. En un mezclador Hobart, la torta húmeda de MCC se mezcló con Aqualon®7LF CMC (Ashland, Inc., Wilmington, DE, EE.UU.) en una relación de 85:15 partes en peso durante varios minutos. La mezcla se pasó a través de un extrusor de doble tornillo de co-rotación varias veces con suficiente perfil de trabajo. El extrudido de MCC:CMC luego se dispersó en agua desionizada. La lechada resultante se pasó a través de un homogeneizador Manton Gaulin a 2500 a 3000 psi y se secó por pulverización sobre un secador de pulverización Bowen de 3 pies para formar un polvo.

Cuando el polvo de MCC:CMC seco se redispersó en agua desionizada, a 2.6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 2350 cps y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 7200 cps. Cuando se midió 2.6% de dispersión de sólidos después de configuración de 24 horas mediante un Reómetro Texas Instrument, exhibió una resistencia de gel G' de 68 Pa. Se obtuvo un contenido coloidal de 90%, que se determinó mediante centrifugación de la dispersión en agua a 8250 rpm durante 15 minutos seguido por análisis gravimétrico de la porción de sobrenadante seca.

Ejemplo 2: Uso de 43% de torta húmeda en sólidos para elaborar MCC:CMC coloidal

Se obtuvo torta húmeda de celulosa microcristalina mediante cocción de hidrólisis de ácido de la instalación FMC (Newark, DE, EE.UU.). El contenido de sólidos de la torta húmeda de MCC se ajustó a 43% con un horno de secado de laboratorio. En un mezclador Hobart, la torta húmeda de MCC se mezcló con Aqualon®7LF CMC (Ashland, Inc., Wilmington, DE, EE.UU.) en una relación de 85:15 partes en peso durante varios minutos. La mezcla se pasó a través de un extrusor de doble tornillo de co-rotación varias veces con alta intensidad de extrusión. El extrudido de MCC:CMC luego se redispersó en agua desionizada. La lechada resultante se pasó a través de un homogeneizador Manton Gaulin a 2500 a 3000 psi y se secó por pulverización sobre un secador de pulverización Bowen de 3 pies para formar un polvo.

Cuando el polvo de MCC:CMC seco se redispersó en agua desionizada, a 2.6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 1521 cps y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 5900 cps. Se midió 2.6% de dispersión de sólidos después de configuración de 24 horas por un Reómetro de Texas Instruments y exhibió una resistencia de gel G' de 60 Pa. A contenido coloidal de 93% se obtiene.

Ejemplo (Comparativo) 3: Uso de 40% de torta húmeda en sólidos para elaborar MCC:CMC coloidal

Se obtuvo torta húmeda de celulosa microcristalina mediante cocción de hidrólisis de ácido. El contenido de MCC de sólidos de torta húmeda se ajustó a 40% con un horno de secado de laboratorio. En un mezclador Hobart, la torta húmeda de MCC se mezcló con Aqualon®7LF CMC (Ashland, Inc., Wilmington, DE, EE.UU.) en una relación de 85:15 partes en peso durante varios minutos. La mezcla se pasó a través de un extrusor de doble tornillo de co-rotación varias veces. El extrudido de MCC:CMC luego se dispersó en agua desionizada. La lechada resultante se pasó a través de un homogeneizador Manton Gaulin a 2500 a 3000 psi y se secó por pulverización sobre un secador de pulverización Bowen de 3 pies para formar un polvo.

Cuando el polvo de MCC:CMC seco se redispersó en agua desionizada, a 2.6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 720 cps y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 2400 cps. Cuando se midió 2.6% de dispersión de sólidos después de configuración de 24 horas mediante un Reómetro Texas Instrument, exhibió una resistencia de gel G' de 10-12 Pa. El contenido coloidal fue 77.7%.

Ejemplo 4: Polvo de MCC coloidal seco, torta húmeda de MCC, y CMC co-reducida

Se mezclaron los siguientes materiales: (1) 40 lb de polvo seco de AVICEL®612 (85% de MCC, 15% de CMC LVF, secado a granel); (2) 50 lb de polvo seco de CMC 7LVF (AkzoNobel, Stenungsund, Suecia); y (3) 561 lbs de torta húmeda de MCC a 41% de sólidos (230 lb sobre base seca). Se obtuvo la torta húmeda de MCC mediante cocción de hidrólisis de ácido. La mezcla se pasó a través de un extrusor de doble tornillo de co-rotación varias veces con alta intensidad de extrusión. El extrudido de MCC:CMC luego se secó a granel (lecho fluidizado) y se molió para formar un polvo.

Cuando el polvo de producto de MCC:CMC seco (82.5% de MCC, 17.5% de CMC) se redispersó en agua desionizada a 2.6% de sólidos, la dispersión exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 1600 cps y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 6400 cps. Se midió 2.6% de dispersión de sólidos después de configuración de 24 horas por un Reómetro de Texas Instruments y exhibió una resistencia de gel G' de 35 Pa. El contenido coloidal fue 76%.

El uso de los polvos AVICEL®CL612 secos aumentó el nivel de sólidos durante extrusión, lo que resulta en un contenido de sólidos total en el rango de 55-66% de sólidos para este caso específico. La porción de MCC de sólidos se reforzó desde 41% de sólidos en la torta húmeda inicial hasta 44% de sólidos de MCC en el extrudido de mezcla de MCC:CMC resultante.

Ejemplo 5: Cocción de MCC extendida para aumento de intensidad de extrusión/Atrición

Se obtuvo la torta húmeda de MCC mediante cocción de hidrólisis de ácido a 100°C, durante 4 horas, con 2.5% de concentración de ácido HCl. La torta húmeda de MCC con un nivel de sólidos al 40% obtenida de esta cocción de hidrólisis de ácido extendida se coextruyó con CMC (Ashland) 7LF en una relación en peso de 85:15. El extrudido luego se dispersó y se secó mediante pulverización para formar el polvo de producto.

Cuando el polvo de producto de MCC:CMC seco se redispersó en agua desionizada, a 2.6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 2500 cps, y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 5500 cps. Se midió 2.6% de dispersión de sólidos después de configuración de 24 horas por un Reómetro de Texas Instruments y exhibió una resistencia de gel G' de 70 Pa. El contenido coloidal fue 88%.

Ejemplo 6: Extrusión de 45% de torta húmeda en sólidos de MCC con una mezcla de CMC de viscosidades baja y media de DS bajo

Se obtuvo torta húmeda de celulosa microcristalina mediante cocción de hidrólisis de ácido. El contenido de sólidos de la torta húmeda de MCC se ajustó a 45% con un horno de secado de laboratorio. En un mezclador Hobart, la torta húmeda de MCC se mezcló con una mezcla de Aqualon®7LF CMC y CMC 7MF (Ashland, Inc., Wilmington, DE, EE.UU.) en una relación de 88:8:4 partes en peso, respectivamente, durante varios minutos. La mezcla se pasó a través de un extrusor de doble tornillo de co-rotación varias veces con alta intensidad de extrusión. El extrudido de MCC:CMC luego se redispersó en agua desionizada. La lechada resultante se secó por pulverización sobre un secador de pulverización Bowen de 3 pies para formar un polvo.

Cuando el polvo de MCC:7LF CMC:7MF CMC seco se redispersó en agua desionizada, a 2.6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 3100 cps y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 5050 cps. Se midió 2.6% de dispersión de sólidos después de configuración de 24 horas por un Reómetro de Texas Instruments y exhibió una resistencia de gel G' de 68 Pa.

Ejemplo 7: Extrusión extendida de extrudido de MCC/CMC que comprende CMC de viscosidad media de DS bajo

Una torta húmeda de MCC se extruyó con CMC que comprende CMC de DS bajo y viscosidad media para generar un extrudido, y el extrudido se secó luego posteriormente mediante pulverización para generar una composición en polvo. Las propiedades reológicas son como se describe en las secciones previas como en "Material Comparativo 3". Este producto tiene una resistencia de gel G' a 2.6% de dispersión de sólidos en el rango de aproximadamente 30 Pa. Esta es una muestra comparativa.

Como un experimento dentro del alcance de la invención, el extrudido (antes de secado por pulverización) anterior se extruyó adicionalmente por uno o más pases en un extrusor de doble tornillo de co-rotación de laboratorio. Este extrudido de MCC:CMC extrudido adicionalmente luego se redispersó en agua desionizada. La lechada resultante se secó por pulverización sobre un secador de pulverización Bowen de 3 pies para formar un polvo. Cuando este polvo se redispersó en agua desionizada, a 2.6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 3700 cps y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 7000 cps. Se midió 2.6% de dispersión de sólidos después de configuración de 24 horas por un Reómetro de Texas Instruments y exhibió una resistencia de gel G' de 70 Pa. A contenido coloidal de 81.7% se obtiene.

Ejemplo 8: Extrusión extendida de torta húmeda de MCC con CMC de baja viscosidad de DS bajo

Se obtuvo torta húmeda de celulosa microcristalina mediante cocción de hidrólisis de ácido y tenía un contenido de sólidos de torta húmeda alrededor de 43%. La torta húmeda de MCC se mezcló con Aqualon®7LF CMC (Ashland, Inc., Wilmington, DE, EE.UU.) en una relación de 85:15 partes en peso y se extruyó con alta intensidad de extrusión.

El extrudido de MCC:CMC luego se dispersó en agua desionizada y se secó por pulverización sobre un secador de pulverización Bowen de 3 pies para formar un polvo.

5 Cuando el polvo de producto de MCC:CMC seco se redispersó en agua desionizada, a 2.6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 1400 cps, y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 5150 cps. Se midió 2.6% de dispersión de sólidos después de configuración de 24 horas por un Reómetro de Texas Instruments y exhibió una resistencia de gel G' de 37 Pa. El contenido coloidal fue aproximadamente 86%. Este es un ejemplo de la presente invención.

10 Como un experimento adicional de la presente invención, el extrudido anterior (antes de secado por pulverización) se extruyó adicionalmente por uno o más pases en un extrusor de doble tornillo de co-rotación de laboratorio. El extrudido de MCC: CMC 7LF extrudido adicionalmente luego se redispersó en agua desionizada. La lechada resultante se secó por pulverización sobre un secador de pulverización Bowen de 3 pies para formar un polvo. Cuando este polvo se redispersó en agua desionizada, a 2.6% de sólidos, exhibió a temperatura ambiente una viscosidad Brookfield inicial de 2400 cps y una viscosidad ajustada después de 24 horas de 6900 cps. Se midió 2.6% de dispersión de sólidos después de configuración de 24 horas por un Reómetro de Texas Instruments y exhibió una resistencia de gel G' de 60 Pa. Se obtuvo un contenido coloidal de 96.3%.

Ejemplos de aplicaciones alimenticias (FA)

Ejemplo FA1: Bebidas de chocolate UHT

Materiales y Métodos:

20 Muestras de una bebida de chocolate UHT se prepararon utilizando A) una mezcla de 0.12% de MCC coloidal de alta viscosidad en gel con base en DS bajo, CMC de baja viscosidad como se describe en los Ejemplos 1-2 y 120 ppm de carragenina; B) una combinación de 0.12% de MCC coloidal disponible comercialmente con base en DS bajo, CMC de baja viscosidad como se describe en el Material 1 y 120 ppm de carragenina; C) una combinación de 0.12% de MCC coloidal disponible comercialmente con base en la CMC de alto DS descrita en el Material 2 y 120 ppm de carragenina. Las formulaciones se muestran en la Tabla FA1.1.

25 Tabla FA1.1

	Muestra A	Muestra B	Muestra C
Formulación @ 1.5% de contenido graso	% en peso	% en peso	% en peso
Azúcar	7.500	7.500	7.500
Cacao en polvo D-11 A	1.500	1.500	1.500
Carragenina	0.012	0.012	0.012
MCC coloidal de alta viscosidad en gel (invención)	0.120	-	-
MCC coloidal comercial, de DS bajo, CMC de baja viscosidad	-	0.200	-
MCC coloidal comercial, CMC de alto DS	-	-	0.120
Leche semidesnatada pasteurizada	a 100	a 100	a 100

Proceso:

30 Todos los polvos se mezclaron en seco juntos y se mezclaron durante aproximadamente 15 minutos en la leche pasteurizada fría utilizando un mezclador de alto corte (por ejemplo, tipo Silverson o equivalente). El producto se precalentó primero a 75°C durante 45 segundos y luego se esterilizó a 142°C durante 5 segundos en una línea UHT (por ejemplo, tipo APV-SPX o equivalente). El producto luego se enfrió a 70-80°C y se pasó a través de un homogeneizador Rannie con una presión de dos etapas de 180 bars. Finalmente, la mezcla se enfrió a 10°C y se llenó de forma aséptica en botellas estériles.

35 Se midió el índice de estabilidad de los materiales resultantes utilizando un equipo Turbiscan. El producto se escaneó con un rayo de luz a 880 nm cerca de infrarrojo; se registró retrodispersión o transmisión a intervalos pequeños (un escaneo cada 40 µm) a lo largo de la muestra. Los cambios en la retrodispersión indican cambios en el tamaño de partícula o la concentración de partículas.

Preparación de muestra antes de mediciones de Turbiscan:

## ES 2 657 648 T3

1. Se prepararon tubos de vidrio Turbiscan como sigue: Se coloca un tejido estéril en los tubos y se envuelven en papel de aluminio. Se montan las 3 partes diferentes de las tapas y se envuelven en papel de aluminio.
  2. Se esterilizan los tubos y las tapas envueltas en el autoclave a 128°C durante 20 minutos.
  3. Se enciende la campana de flujo aséptica 30 minutos antes de transferir el producto a los tubos de Turbiscan. Las muestras deben llegar primero a temperatura ambiente (las muestras deben ser atemperadas durante 30 minutos si vienen de la nevera).
  4. Se preparan marcadores de tubos y se configuran en el ordenador (software Turbiscan) y la estación de AGS a 30°C.
  5. Bajo la cabina de flujo aséptica se preparan todos los materiales: tubos estériles Turbiscan, tapas marcadas, pipetas estériles, y muestras.
  6. Justo antes de transferencia, se limpian las manos con solución aséptica y se agita suavemente cada muestra (cinco veces de arriba hacia abajo).
  7. Se abre la botella de muestra y se transfiere inmediatamente a los tubos Turbiscan utilizando pipetas estériles de 25 ml y se cierran las tapas.
  8. Inmediatamente, se inserta el tubo en la estación de AGS y se inicia el escaneo. Se transfiere un máximo de tres muestras a la vez antes de comenzar el escaneo.
- Se describen los parámetros visuales y a escala en la Tabla FA1.2. Se realizaron mediciones de Turbiscan una vez cada hora durante 5 días a 30°C.

Tabla FA1.2

Parámetros Visuales	Explicación	Escala estándar que se va a utilizar
En la botella de 250 ml antes de cualquier manipulación		
Formación de nata	Separación de grasa en la parte superior	0 = ausencia; 1 = 0.5 mm; 2 = 0.5 a 1 mm; 3 = 1 a 2 mm; 4 > 2mm.
Separación de parte superior clara	Capa transparente visual en la parte superior	0 = ausencia; 1 = >0 -2 mm; 2 = >2 -4 mm; 3 = >4 -6 mm; 4 = > 6mm.
Jaspeado	Capas claras de suero dentro del producto (ondas)	0 = ausencia; 1 = jaspeado muy ligero; 2 = jaspeado ligero; 3 = jaspeado fuerte (no aceptable); 4 = jaspeado muy fuerte (no aceptable).
Capa de sedimentación	Cacao o Capa de partículas en el fondo del líquido	0 = ausencia; 1 = 0.5 mm; 2 = 0.5 a 1 mm; 3 = 1 a 2 mm; 4 > 2mm.
En un vaso de precipitados de vidrio de 250 ml o cilindro durante y después de vertido		
Propiedades de flujo	durante el vertido evaluar el nivel de ondulación hasta piezas gelificadas son visibles.	0 = ausencia de ondulación; 1 = ligera ondulación; 2 = ondulación 3 = fuerte ondulación, hace ruido mientras se vierte (no aceptable); 4 = piezas gelificadas (no aceptable).
En un vaso de precipitados de vidrio de 250 ml o cilindro durante y después de vertido		

ES 2 657 648 T3

Parámetros Visuales		
	Explicación	Escala estándar que se va a utilizar
Sedimentación en el fondo	Después de vertido, proteínas o partículas (por ejemplo, cacao, calcio son visibles en la parte inferior de la botella.	0 = ausencia de sedimentación; 1 = muy ligera sedimentación; 2 = ligera sedimentación; 3 = fuerte sedimentación (no aceptable); 4 = muy fuerte sedimentación (no aceptable).
Redispersabilidad	Evaluación de la posibilidad de volver a dispersar la sedimentación de proteínas o partículas (por ejemplo, calcio, cacao, etc.) cuando el producto se vierte múltiples veces	0 = ausencia de sedimentación; 1 = sedimentación desaparece después de 1 vez de redispersión (= 2 veces de vertido); 2 = sedimentación desaparece después de 2 veces de redispersión; 3 = sedimentación desaparece después de 3 veces de redispersión; 4 = sedimentación desaparece después de 4 veces de redispersión.

Evaluación de las muestras:

Se describen los resultados de pH, viscosidad, y observación visual después de un mes de almacenamiento a 4°C, 22°C, y 30°C en la Tabla FA1.3. El pH se midió utilizando un medidor de pH calibrado (Inolab). Se midió la viscosidad a temperatura ambiente utilizando un viscosímetro Brookfield LV con husillo #1 a velocidad de 60 rpm durante un minuto.

5

Tabla FA1.3

Pruebas	Muestra A			Muestra B			Muestra C		
	4°C	22°C	30°C	4°C	22°C	30°C	4°C	22°C	30°C
pH	6.635	6.645	6.666	6.811	6.709	6.629	6.582	6.424	6.441
Viscosidad (cP)	55.0	45.9	57.4	63	45	31.5	28.8	20.1	20.5
Parámetros visuales antes de cualquier manipulación:									
Formación de nata	0	1	0	0	2	1	0	2	2
Separación clara en la parte superior	0	1	0	1	1	2	1	0	0
Jaspeado	0	2	0	1	1	1	1	0	1
Capa de sedimentación	0	0	0	1	1	1	0	1	1
En un vaso de precipitados de vidrio o cilindro durante y después de vertido:									
Propiedades de flujo	0	1	0	0	1	1	0	1	1
Sedimentación en el fondo	0	0	0	1	1	1	0	1	0
Redispersibilidad	0	0	0	1	1	1	0	1	0

## ES 2 657 648 T3

Se describen resultados de índice de estabilidad después de mediciones de 5 días (un escaneo cada hora) a 30°C utilizando equipo Turbiscan en la Tabla FA1.4.

Tabla FA1.4

Índice de estabilidad	Muestra A	Muestra B	Muestra C
Fondo de la muestra (5 mm)	0.41	1.28	1.18
Peso total de la muestra (54 mm)	0.60	1.32	0.91
Parte superior de la muestra (5 mm)	1.73	2.53	2.71

71 Conclusión:

- 5 Visualmente, la Muestra A fue estable durante un mes a 4°C, 22°C, y 30°C sin ninguna traza de separación de suero, son traza de sedimentación de cacao, y sin o con mínima gelificación. Bajos índices de estabilidad (es decir, mejor estabilidad en concentración de partículas) de la Muestra A confirma las observaciones visuales y sugiere una estabilidad a largo plazo de seis meses. La Muestra A (invención) demuestra rendimiento superior.

Ejemplo FA2: Relleno de fruta estable horneada 40° Brix y 50° Brix con base en frambuesa concentrada

- 10 Se prepararon muestras utilizando A) un rango de dosis de MCC coloidal de alta viscosidad en gel elaborada en FMC con base en DS bajo, CMC de baja viscosidad como se describe en los Ejemplos 1-2; y B) un rango de dosis de MCC coloidal comercial (AVICEL®RC591) como se describe en el Material 3.

caso 40°Brix	Muestra A	Muestra B
Formulación	% en peso	% en peso
Jarabe de glucosa 60 DE	25	25
Azúcar	10	10
frambuesa concentrada 65°Brix	9	9
Almidón modificado	3.5	3.5
Polvo de citrato de trisodio	0.15	0.15
50% de solución de ácido cítrico anhidro	0.1	0.1
MCC coloidal de alta viscosidad en gel (Presente invención)	0 a 1.5	-
MCC coloidal comercial (AVICEL® RC591)	-	0 a 1.5
Agua	a 100	a 100
Caso 50°Brix	Muestra A	Muestra B
Formulación	% en peso	% en peso
Jarabe de glucosa 60 DE	25	25
Azúcar	20	20
frambuesa concentrada 65°Brix	9	9
Almidón modificado	3.5	3.5
Polvo de citrato de trisodio	0.15	0.15
50% de solución de ácido cítrico anhidro	0.1	0.1
MCC coloidal de alta viscosidad en gel (Invención)	0 a 1.5	-
MCC coloidal comercial (AVICEL® RC591)	-	0 a 1.5

Agua	a 100	a 100
------	-------	-------

Proceso:

5 La MCC coloidal, los otros polvos secos, y el agua se pesaron por separado. La MCC coloidal se dispersó primero en agua con una mezcla de alto corte durante 10 minutos utilizando un mezclador Silverson o equivalente. Luego el jarabe de glucosa se precalentó a 40°C y se agregó con los otros polvos secos en la mezcla anterior. A continuación, el producto se calentó a 90°C en un baño de agua mientras se mezcló suavemente. Después se agregó el concentrado de fruta y se mezcló hasta que fue suave. Finalmente se agregó el ácido cítrico y se mezcló hasta que fue suave y el producto se cargó en caliente en contenedores apropiados.

Prueba de estabilidad de horneado:

10 La estabilidad de horneado se determinó midiendo la retención de forma. La retención de la forma se define como la capacidad de una preparación de llenado para retener su forma inicial y el volumen después de haber sido horneado durante una cantidad de tiempo definido a una temperatura dada. El horno de panadería se precalentó a 200°C. Las tazas (30 ml) se llenan de producto de muestra. Los rellenos de las tazas de 30 ml se depositaron en el medio de círculos concéntricos sobre una hoja de papel sobre una hoja de panadería sobre la placa de horno. La placa se colocó en el centro del horno. La difusión del material sobre los 16 ejes de los círculos concéntricos se registró antes y después de la cocción. Los rellenos se cocieron a 200°C durante 10 minutos. Se calcularon los promedios de la propagación de material (es decir, Av antes y Av después de cocción) como porcentajes.

Evaluación de las muestras:

Los resultados de la estabilidad de horneado se describen en la Tabla FA2.1 y la Tabla FA2.2.

20

Tabla FA2.1

% de dispersión en el caso 40°Brix	Niveles de uso			
	0%	0.5%	1.0%	1.5%
Muestra A (invención)	48.8	43.07	11.97	3.67
Muestra B (RC591)	48.8	31.12	14.78	6.87

Tabla FA2.2

% de dispersión en Caso 50°Brix	% de Niveles de uso			
	0%	0.5%	1.2%	1.5%
Muestra A (invención)	48.8	25.2	18.8	17.9
Muestra B (RC591)	48.8	31.5	31.5	22.8

Conclusión:

25 La muestra A de la presente invención mostró buena a excelente estabilidad de horneado (es decir, baja dispersión en %) a niveles de uso mayores de 1%.

Ejemplo FA3: Leche reconstituida con alto contenido de calcio

Materiales y Métodos:

30 Se prepararon muestras utilizando A) 0.3% de MCC coloidal de alta viscosidad en gel con base en DS bajo, CMC de baja viscosidad en peso (43% de sólidos) como se describe en Ejemplo 1 como se compara con B) 0.3% de MCC coloidal comercial con base en CMC de alto DS como se describe en el Material 2 en una leche UTH reconstituida con alto contenido de calcio. Las formulaciones se establecen en la Tabla FA3.1.

Tabla FA3.1

	Muestra A	Muestra B
--	-----------	-----------

## ES 2 657 648 T3

Formulación/Ingredientes	% en peso	% en peso
Leche en polvo	12.00	12.00
Carbonato de calcio	0.23	0.23
MCC coloidal de alta viscosidad en gel (invención)	0.30	--
MCC coloidal comercial CMC de alto DS	--	0.30
Agua	a 100	a 100

Proceso:

La leche en polvo se agregó en agua a 45° a 50°C y el producto se mezcló vigorosamente 20 minutos. La leche reconstituida luego se calentó a 60° a 65°C.

- 5 El carbonato de calcio y la MCC coloidal se mezclaron en seco y se agregaron a la leche, mientras que mezclaron vigorosamente durante 5 minutos. Se comprobó el pH y se registró. Si es necesario, se agregó un regulador de fosfato de sodio para alcanzar el pH 6.70 a 6.80. Luego, el producto se precalentó a 70°C y se pasó a través de un homogeneizador con una presión de dos etapas de 200 bares. El producto se calentó a 90°C durante 30 segundos y luego se calentó a 140°C durante 10 segundos. Finalmente el producto se enfrió a 20° a 25°C y se cargó en botellas estériles. Se midió la viscosidad a temperatura ambiente utilizando un viscosímetro Brookfield DV - II + a una
- 10 velocidad de 30 rpm durante 1 minuto.

Evaluación de las muestras

Los resultados de la viscosidad y observaciones visuales después de 40 días de almacenamiento a 22°C se describen en la Tabla FA3.2.

Tabla FA3.2

	Muestra A	Muestra B
Viscosidad (cP)	7.38	11.50
Capa de sedimentación de calcio	0	0

- 15 Conclusión:

Visualmente, la Muestra A fue estable durante 40 días a 22°C sin sedimentación de calcio y mínima viscosidad.

Ejemplo FA4: Leche achocolatada de retorta

Materiales y Métodos

- 20 Muestras de leche achocolatada de retorta se prepararon utilizando A) 0.2% de MCC coloidal de alta viscosidad en gel con base en DS bajo, CMC de bajo peso molecular como se describe en los Ejemplos 1 y 2 en comparación con B) 0.2% de MCC coloidal comercial con base en CMC de alto DS como se describe en el Material 2. Las formulaciones se establecen en la Tabla FA4.1.

Tabla FA4.1

	Muestra A	Muestra B
Formulación/Ingredientes	% en peso	% en peso
Leche en polvo	2.40	2.40
Azúcar	6.50	6.50
Cacao en polvo	1.00	1.00
Emulsificador de mono-diglicérido	0.10	0.10
MCC coloidal de alta viscosidad en gel (invención)	0.2	--

## ES 2 657 648 T3

MCC coloidal comercial CMC de alto DS	--	0.2
Agua	a 100	a 100

### Proceso:

5 Se agregó leche en polvo en agua a 45°C a 50°C y el producto se mezcló vigorosamente durante 20 minutos. La leche reconstituida luego se calentó a 60° a 65°C. El carbonato de calcio y la MCC coloidal se mezclaron en seco y se agregaron a la leche mientras se mezcló vigorosamente durante 5 minutos. Se comprobó el pH y se registró. Si es necesario, se agregó un regulador de fosfato de sodio para obtener un pH de 6.70 a 6.80. Luego, el producto se precalentó a 70°C y se pasó a través de un homogeneizador con una presión de dos etapas de 200 bar. El producto se introdujo en latas y se selló. Finalmente, las latas se colocaron en retorta de giro a 121°C durante 20 minutos. La viscosidad se midió a temperatura ambiente utilizando un viscosímetro Brookfield DV - II + con husillo S00 a la velocidad de 30 rpm durante 1 minuto.

### Mediciones de las muestras:

Los resultados de viscosidad y observación visual después de un mes de almacenamiento a 22°C se describen en la Tabla FA4.2.

Tabla FA4.2

	Muestra A	Muestra B
Viscosidad (cP)	4.11	4.31
Capa de sedimentación de cacao	0	1

15

### Conclusión:

Visualmente la Muestra A fue estable durante un mes a 22°C sin sedimentación de cacao y mínima viscosidad.

**REIVINDICACIONES**

1. Una composición estabilizadora que comprende:
  - a. una celulosa microcristalina; y
  - b. una carboximetilcelulosa soluble en agua seleccionada de:
    - 5 i) una carboximetilcelulosa soluble en agua de baja viscosidad que tiene una viscosidad Brookfield desde 10 hasta 200 cps medida en una dispersión del 2.6% en agua desionizada utilizando un viscosímetro RTV a 20 rpm a 20°C-23°C, en el que la relación en peso de la celulosa microcristalina y la carboximetilcelulosa es desde 95:5 hasta 70:30; y
    - 10 ii) una carboximetilcelulosa soluble en agua con viscosidad media que tiene una viscosidad Brookfield desde 200 hasta 4000 cps medida a una dispersión del 2.6% en agua desionizada utilizando un viscosímetro RTV a 20 rpm a 20°C-23°C en el que la relación en peso de la celulosa microcristalina y la carboximetilcelulosa es desde 95:5 hasta 70:30;
 

caracterizada porque dicha carboximetilcelulosa soluble en agua tiene un grado de sustitución desde 0.45 hasta 0.85, la composición estabilizadora se produce al co-reducir una mezcla de dicha celulosa microcristalina en la forma de una torta húmeda que tiene por lo menos 42% de sólidos con dicha carboximetilcelulosa soluble en agua, y

15 cuando la composición estabilizadora incluye la carboximetilcelulosa soluble en agua de baja viscosidad, luego de dispersión en agua a 2.6% de sólidos, la composición estabilizadora tiene una viscosidad inicial de por lo menos 750 cps, una viscosidad ajustada de por lo menos 2900 cps, y una resistencia al gel ajustada G' de por lo menos 20 Pa, y

20 cuando la composición estabilizadora incluye la carboximetilcelulosa soluble en agua de media viscosidad, luego de dispersión en agua a 2.6% de sólidos, la composición estabilizadora tiene una viscosidad inicial de por lo menos 1000 cps, una viscosidad ajustada de por lo menos 3500 cps, y una resistencia al gel ajustada G' de por lo menos 40 Pa.
2. La composición de la reivindicación 1 en la que la carboximetilcelulosa es carboximetilcelulosa de sodio.
- 25 3. La composición de la reivindicación 1 en la que la carboximetilcelulosa tiene un grado de sustitución de 0.45 a 0.80.
4. La composición de la reivindicación 1 en la que la carboximetilcelulosa soluble en agua es una carboximetilcelulosa soluble en agua de baja viscosidad y la composición estabilizadora tiene una viscosidad inicial de 750 cps a 3000 cps.
- 30 5. La composición de la reivindicación 1 en la que la carboximetilcelulosa soluble en agua es una carboximetilcelulosa soluble en agua de baja viscosidad y la composición estabilizadora tiene una viscosidad ajustada de 3000 cps a 7200 cps.
6. La composición de la reivindicación 1 en la que la carboximetilcelulosa soluble en agua es una carboximetilcelulosa soluble en agua de baja viscosidad y la composición estabilizadora tiene una resistencia al gel ajustada G' de 30 Pa a 100 Pa.
- 35 7. La composición de la reivindicación 1 en la que la carboximetilcelulosa es una carboximetilcelulosa soluble en agua con viscosidad media y la composición tiene una resistencia al gel ajustada G' de 45 Pa a 100 Pa.
8. La composición de la reivindicación 1 en la que la carboximetilcelulosa es una carboximetilcelulosa soluble en agua con viscosidad media y la composición tiene una viscosidad ajustada de 3500 cps a 7200 cps.
- 40 9. La composición de la reivindicación 1 en la que la carboximetilcelulosa es una carboximetilcelulosa soluble en agua con viscosidad media y la composición tiene una viscosidad inicial de 1000 cps a 3000 cps.
10. Un producto alimenticio comestible que comprende la composición estabilizadora de la reivindicación 1 en el que dicho producto alimenticio está en la forma de una emulsión, bebida, salsa, sopa, jarabe, aderezo, película, postre congelado, alimento cultivado, relleno de panadería, crema de panadería, proteína de procesada a ultra alta temperatura y de retorta y bebida nutricional, bebida a base de proteína procesada a bajo pH y ultra alta temperatura, bebida fortificada con Ca a ultra alta temperatura, crema de leche procesada a alta temperatura y de retorta, sistema de alimentos lácteos aireados, y sistema de alimentos no lácteos aireados.
- 45 11. Una suspensión industrial que comprende la composición de la reivindicación 1, en la que la suspensión industrial se adapta para uso en un producto farmacéutico, un producto nutracéutico, un producto cosmético, un producto de cuidado personal, un producto de consumo, un producto agrícola, o una formulación química.
- 50

12. Un método para elaborar la composición estabilizadora de la reivindicación 1 que comprende las etapas de:
- a. mezclar una torta húmeda de celulosa microcristalina que tiene por lo menos 42.0% de sólidos con una carboximetilcelulosa soluble en agua que tiene una viscosidad baja a media y un grado de sustitución de 0.45 a 0.85, en la que la relación en peso de la celulosa microcristalina y la carboximetilcelulosa es desde 95:5 hasta 70:30;
- 5 b. extrudir la mezcla de la etapa a) bajo alto corte y alta compresión; y
- c. secar el producto extrudido de la etapa b).
13. El método de la reivindicación 12 en el que el contenido de sólidos de la torta húmeda de MCC es 42.5% a 50%.
14. El método de la reivindicación 12 en el que la etapa de secado c es mediante secado por pulverización, secado por lecho fluidizado, secado instantáneo, o secado a granel.
- 10 15. El método de la reivindicación 12, en la que se agrega celulosa microcristalina seca a la torta húmeda de celulosa microcristalina empleada en la etapa a.