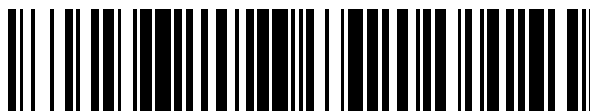


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 660 362**

51 Int. Cl.:

A23D 7/005	(2006.01)	A23L 33/115	(2006.01)
A23D 7/01	(2006.01)	A23L 33/15	(2006.01)
A23D 7/02	(2006.01)	A23L 33/155	(2006.01)
A23K 40/20	(2006.01)		
A23K 20/174	(2006.01)		
A23K 20/158	(2006.01)		
A23P 10/35	(2006.01)		
A23P 30/20	(2006.01)		
A23L 29/10	(2006.01)		
A23L 33/105	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.05.2012 PCT/EP2012/059849**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **06.12.2012 WO12163836**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.05.2012 E 12723698 (2)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.12.2017 EP 2713770**

54 Título: **Procedimiento de extrusión y producto resultante del mismo.**

30 Prioridad:

27.05.2011 EP 11167927

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

22.03.2018

73 Titular/es:

**DSM IP ASSETS B.V. (100.0%)
Het Overloon, 1
6411 TE Heerlen, NL**

72 Inventor/es:

**FUNDA, ELGER;
TELEKI, ALEXANDRA;
BREMER, LEONARDUS GERARDUS
BERNARDUS;
ELEMANS, PIERRE y
MEESEN, ADRIAAN WILLEM**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 660 362 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

Procedimiento de extrusión y producto resultante del mismo.

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de formulaciones extruidas (= productos extruidos) que comprenden gotitas de emulsión, a dichas formulaciones, así como al uso de dichas formulaciones en alimentos, alimentos para animales y aplicaciones para el cuidado personal.

Hay muchas maneras de formular compuestos liposolubles. Los compuestos liposolubles son, por ejemplo, aceites y vitaminas. Los tipos de formulaciones dependen, es decir, del uso de estas formulaciones en la aplicación final, así como del tipo de material (ingredientes) que se usan.

10 Una forma de formular compuestos liposolubles son las emulsiones secas. El compuesto liposoluble se emulsiona en una emulsión de aceite en agua en la que la fase acuosa contiene un material de matriz y/o un emulsionante adecuado. Después del secado, el compuesto liposoluble se incrusta en el material de la matriz.

15 Las tecnologías conocidas para la emulsificación son, p. ej., sistemas de rotor-estator, homogeneizadores de alta presión o dispositivos ultrasónicos. Una desventaja importante de estas tecnologías es que se requiere una viscosidad relativamente baja (usualmente por debajo de 1 Pas), lo que conduce a grandes cantidades de agua en la emulsión, que deben ser eliminadas al final.

Los procedimientos de extrusión (y extrusoras) son bien conocidos en el campo de las formulaciones. Se pueden usar para diferentes tipos de materiales. La tecnología se usó por primera vez en la industria del caucho (goma natural). Pero con el tiempo, la industria de alimentos y alimentos para animales adoptó esta tecnología también para sus fines.

20 Las principales ventajas de usar la tecnología de extrusión es que se pueden formular soluciones de alta viscosidad y se puede usar menos agua para la dispersión, que luego requiere menos secado. Además, un procedimiento de extrusión se puede ejecutar como un procedimiento continuo.

25 Se puede encontrar en la técnica anterior que las emulsiones que comprenden vitaminas liposolubles se extruyen. El documento US 2004/0201116 divulga gránulos que se obtienen mediante una combinación de emulsiones productoras usando dispositivos tales como homogeneizadores de alta presión con posterior granulación directa o extrusión como una segunda etapa de procedimiento.

El documento WO 2006/094995 divulga un procedimiento para preparar una composición nutricional que incluye proteína, grasa y carbohidrato.

30 El documento US 2001/008635 divulga un método para la preparación de un material compuesto que consiste en inclusiones muy finas de principios activos líquidos moderadamente a fuertemente hidrófobos dispersados homogéneamente en una matriz termoplástica.

El objetivo de la presente invención era encontrar una manera de mejorar (también simplificar) la producción de productos extruidos que comprenden gotitas de emulsión de aceite en agua, que comprenden el (los) compuesto(s) liposoluble(s) tales como, por ejemplo, aceites o vitaminas.

35 Se encontró una nueva forma para la producción de dichos productos extruidos. Sorprendentemente, se descubrió que cuando la emulsificación se lleva a cabo dentro de la extrusora, se mejoran tanto el procedimiento como los productos extruidos obtenidos.

Cuando la emulsificación se lleva a cabo en la extrusora (aparato de extrusión), esto da como resultado productos extruidos, en los que

- 40
- i) se pueden obtener tamaños de gotitas de dispersión medios muy pequeños, y
 - ii) se obtiene una distribución muy estrecha y monomodal de los tamaños de gotita, y
 - iii) dicho procedimiento puede ejecutarse fácilmente como un procedimiento continuo, y
 - iv) no se usa disolvente orgánico y
 - v) se puede usar menos agua y, por lo tanto, se necesita menos energía para secar el producto extruido.

45 Por lo tanto, la presente invención se refiere a un procedimiento de producción de un producto extruido, en el que ese producto extruido comprende gotitas de emulsión, en el que estas gotitas de emulsión comprenden al menos un compuesto liposoluble y al menos un emulsionante y agua, caracterizado porque ese procedimiento de emulsión se lleva a cabo en la extrusora.

50 Las vitaminas liposolubles tales como la vitamina A o sus ésteres (por ejemplo, acetato de vitamina A y palmitato de vitamina A), la vitamina E o sus ésteres (por ejemplo, acetato de vitamina E), la vitamina K (fitomenadiona) y la vitamina D3 (colecalfiferol) se contemplan en la presente invención. Dichas vitaminas están fácilmente disponibles de fuentes comerciales. Además, pueden prepararse mediante procedimientos convencionales por un experto. Las vitaminas pueden usarse en una forma pura o en un diluyente adecuado tal como una grasa o un aceite.

La vitamina A y/o los ésteres de retinilo, tales como, p. ej., palmitato de retinilo y/o acetato de retinilo y vitamina E o sus ésteres (por ejemplo, acetato de vitamina E) son especialmente preferentes.

Por lo tanto, la presente invención es un procedimiento como se describe anteriormente en el que el compuesto liposoluble es al menos una vitamina liposoluble.

5 Al menos un emulsionante se usa en el procedimiento de acuerdo con la presente invención. El emulsionante puede elegirse dependiendo del uso final del producto extruido después. Eso significa que si el producto extruido obtenido mediante el procedimiento de acuerdo con la presente invención se usa en alimentos o productos de alimentación animal, el emulsionante debe ser de calidad alimentaria o de alimentación animal.

10 Los emulsionantes adecuados son, por ejemplo, almidones (alimenticios) modificados, celulosas y derivados de celulosa (p. ej., acetato de celulosa, metilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa) y lignosulfonato.

Los almidones pueden modificarse física y químicamente. Los almidones pregelatinizados son ejemplos de almidones modificados físicamente. Los ésteres de almidón modificado con ácido, oxidados y reticulados, ésteres de almidón, éteres de almidón y almidones catiónicos son ejemplos de almidones químicamente modificados.

15 Por lo tanto, una realización preferente se refiere a un procedimiento en el que al menos un emulsionante se elige de entre el grupo que consiste en almidones (alimenticios) modificados, celulosas y derivados de celulosa (p. j., acetato de celulosa, metilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa) y lignosulfonato.

El agua también se usa en el procedimiento de acuerdo con la presente invención. Pero como se mencionó anteriormente, es posible ejecutar el procedimiento con menos agua en comparación con los procedimientos de uso normal.

20 No se usa disolvente orgánico en el procedimiento de acuerdo con la presente invención.

También es posible añadir más ingredientes (agentes auxiliares) durante el procedimiento de formulación (extrusión). Dichos agentes auxiliares pueden ser útiles para el procedimiento de extrusión y/o para el producto extruido y/o para el producto (o aplicación), en el que el producto extruido se usa después.

25 Dichos agentes auxiliares son, por ejemplo, antioxidantes (tales como ácido ascórbico o sus sales, tocoferol (sintético o natural)); hidroxitolueno butilado (BHT); hidroxianisol butilado (BHA); galato de propilo; terc butilhidroxiquinolina y/o ésteres de ácido ascórbico de un ácido graso); etoxiquina; plastificantes; estabilizadores; humectantes (tales como glicerol, sorbitol, polietilenglicol); coloides protectores; colorantes, fragancias; cargas y tampones.

30 Estos agentes auxiliares se añaden opcionalmente. Cuando se añaden, la cantidad de agentes auxiliares va de 0,1 a 50 % (% en peso), sobre la base del peso total del producto extruido.

Los productos extruidos obtenidos por el procedimiento de acuerdo con la presente invención comprenden:

1 % en peso a 50 % en peso, sobre la base del peso total del producto extruido, de al menos un compuesto liposoluble, y

5 % en peso a 80 % en peso sobre la base del peso total del producto extruido, de al menos un emulsionante, y

35 1 % en peso a 90 % en peso, sobre la base del peso total del producto extruido, de agua, y opcionalmente

0,1 % en peso a 50 % en peso, sobre la base del peso total del producto extruido, de al menos un agente auxiliar.

Todos los porcentajes siempre suman 100.

Todas las preferencias enumeradas anteriormente para los compuestos liposolubles, los emulsionantes y los agentes auxiliares también se aplican a la composición del producto extruido.

40 Preferentemente, se usa 5 % en peso a 30 % en peso, sobre la base del peso total del producto extruido, de al menos un compuesto liposoluble.

Preferentemente, se usa 15 % en peso a 80 % en peso, más preferentemente 30 % en peso a 80 % en peso, sobre la base del peso total del producto extruido, de al menos un emulsionante.

45 Preferentemente, se usa 1 % en peso a 80 % en peso, más preferentemente 1 % en peso a 60 % en peso, especialmente preferentemente 1 a 40 % en peso, sobre la base del peso total del producto extruido.

Especialmente para los almidones alimenticios modificados, el contenido de agua es preferentemente del 10 % en peso al 30 % en peso, sobre la base del peso total del producto extruido.

Una de las ventajas de la presente invención es que la distribución del tamaño de los tamaños de gotitas medio de la emulsión de aceite en agua dentro del producto extruido es estrecha y monomodal. Esto significa que el compuesto liposoluble se distribuye casi homogéneamente dentro del producto extruido, lo que permite luego dosificaciones muy precisas.

- 5 Además, el procedimiento de acuerdo con la presente invención permite producir gotitas de tamaño muy pequeño de la emulsión de aceite en agua dentro del producto extruido. El tamaño medio de gotita puede ser tan pequeño como 50 nm. Por lo general, las gotitas son más pequeñas que 1 μm .

Preferentemente, el tamaño de gotita medio ($d_{3,2}$) de la emulsión de aceite en agua dentro del producto extruido está entre 50 nm y 300 nm.

- 10 Los tamaños de gotita se miden usando métodos comúnmente conocidos y estandarizados. Los métodos adecuados son la dispersión de la luz o la difracción láser.

Más preferentemente, el tamaño de gotita medio ($d_{3,2}$) de la emulsión de aceite en agua dentro del producto extruido está entre 100 nm y 200 nm.

- 15 El procedimiento de extrusión se caracteriza porque la emulsificación se lleva a cabo dentro de la extrusora. Los tres ingredientes principales (compuesto liposoluble y emulsionante y agua) se añaden a diferentes entradas del procedimiento de la extrusora. Estas entradas están dispuestas separadas una de la otra. Cuando se añaden (opcionalmente) agentes auxiliares, se pueden añadir junto con uno o más de los ingredientes principales o también se pueden añadir en una etapa separada.

- 20 El emulsionante se añade primero, luego se añade el agua y después el compuesto liposoluble. También es posible que se añada un ingrediente a través de más de una entrada de la extrusora en diferentes ubicaciones. Por lo tanto, la presente invención se refiere a un procedimiento, en el que el emulsionante (o una mezcla de emulsionantes) se añade primero, luego el agua y después el compuesto liposoluble (o una mezcla de compuestos liposolubles).

Una realización preferente de la presente invención se refiere a un procedimiento en el que el compuesto liposoluble es vitamina A (o un derivado). En este caso, la vitamina A se añade

- 25 i) como un líquido (fundido) en la extrusora, o
ii) como un polvo sólido (opcionalmente premezclado con al menos un almidón (alimenticio) modificado) y en el que el polvo se puede añadir al procedimiento al comienzo de la extrusora o en cualquier etapa).

- 30 La temperatura dentro de la extrusora está generalmente entre 20 y 220 °C. Preferentemente, la temperatura del producto extruido que sale de la extrusora es <100 °C, más preferentemente, la temperatura dentro de la extrusora está entre 20 y 100 °C. El tiempo total de residencia para los ingredientes en la extrusora está generalmente entre 1 y 400 s.

La cantidad de cizallamiento del procedimiento de extrusión de acuerdo con la presente invención es normalmente de 200 a 80000 unidades.

- 35 Además, también es posible bombear gas inerte a través de la extrusora. El gas inerte generalmente se bombea a la entrada de la extrusora. Pero también podría ser bombeado en cualquier etapa del procedimiento de extrusión (también a través de varias entradas en diferentes ubicaciones). El gas inerte puede ser útil para proteger los ingredientes sensibles.

La extrusora comprende habitualmente uno o más ejes de tornillo en los que están montados diversos elementos de tornillo de tipo de transporte o amasado.

- 40 El material es transportado por estos elementos a través de la extrusora (opcionalmente bajo presión y temperatura elevada). En el extremo (salida) de la extrusora puede haber un troquel a través del cual se presiona el material extruido. Después, el material extruido se seca y se corta (o también viceversa). La extrusora puede tener varias entradas a través de las cuales se puede añadir el material.

- 45 En el caso de la presente invención, hay varias entradas para añadir el (los) emulsionante(s), el (los) compuesto(s) liposolubles, el agua y opcionalmente los agentes auxiliares.

La presente invención también se refiere a un producto extruido que puede obtenerse mediante un procedimiento, en el que dicho producto extruido comprende gotitas de emulsión, en el que estas gotitas de emulsión comprenden al menos un compuesto liposoluble y al menos un emulsionante y agua, caracterizado porque el procedimiento de emulsión se lleva a cabo en la extrusora.

- 50 Todas las preferencias, tal como se describen anteriormente, también se aplican a un producto extruido tal que se puede obtener por el procedimiento de la invención.

Una realización adicional de la presente invención se refiere a nuevos productos extruidos. Estos productos extruidos de la invención comprenden gotitas de emulsión de aceite en agua que tienen un tamaño de gotita medio muy pequeño, y en las que la distribución de los tamaños de gotita es estrecha y monomodal.

5 Por lo tanto, la presente invención se refiere a productos extruidos que pueden obtenerse mediante el procedimiento inventivo, caracterizado porque el tamaño medio de partícula de las gotitas de emulsión de aceite en agua dentro del producto extruido es inferior a 300 nm (preferentemente el tamaño medio de partícula de las gotitas de emulsión de aceite en agua está entre 100 nm y 200 nm).

10 El tamaño medio de partícula de las gotitas de emulsión de aceite en agua se mide por difracción láser con una unidad de dispersión de muestra Malvern Mastersizer 2000 e Hydro 2000 S. El tamaño medio de partícula de las gotitas de emulsión de aceite en agua también se puede determinar por dispersión dinámica de la luz, p. ej., con un Malvern Zetasizer Nano.

Los productos extruidos preferentes de acuerdo con la presente invención comprenden:

1 % en peso a 50 % en peso sobre la base del peso total del producto extruido, de al menos un compuesto liposoluble, y

15 5 % en peso a 90 % en peso sobre la base del peso total del producto extruido, de al menos un emulsionante, y

1 % en peso a 80 % en peso sobre la base del peso total del producto extruido, del agua y opcionalmente

0,1 % en peso a 50 % en peso sobre la base del peso total del producto extruido, de al menos un agente auxiliar,

20 caracterizados porque el tamaño medio de partícula de las gotitas de la emulsión de aceite en agua dentro del producto extruido es inferior a 300 nm (preferentemente el tamaño medio de partícula de las gotitas de la emulsión está entre 100 nm y 200 nm).

Los productos extruidos tal como se obtienen mediante el procedimiento descrito anteriormente pueden usarse en muchos campos de aplicaciones. Preferentemente, los productos extruidos como se divulgan y describen anteriormente se usan en alimentos, alimentos para animales y productos para el cuidado personal.

25 Por lo tanto, una realización adicional de la presente invención se refiere al uso de los productos extruidos como se divulga y describe anteriormente en alimentos, alimentos para animales y/o productos para el cuidado personal. Se debe mencionar que los suplementos dietéticos son parte de la definición de productos alimenticios de la invención.

Una realización adicional de la presente invención se refiere a alimentos, alimentos para animales o productos para el cuidado personal que comprenden al menos uno de los productos extruidos como se divulga y describe anteriormente.

30 Figuras

Fig. 1: Esquema de la extrusora como se usa en el Ejemplo 1 y en el Ejemplo 2.

Fig. 2: Esquema de la extrusora como se usa en el Ejemplo 3.

Fig. 3: Esquema de la extrusora como se usa en el Ejemplo 4.

Fig.4: Esquema de la extrusora como se usa en el Ejemplo 5.

35 Los siguientes ejemplos sirven para ilustrar la invención. Todos los porcentajes y partes (si no se indica lo contrario) están relacionados con el peso. La temperatura se indica (si no se indica lo contrario) en grados Celsius.

Ejemplos

Ejemplo 1: Emulsificación de aceite de maíz en almidón alimenticio modificado

40 La emulsificación por extrusión de aceite de maíz (no reivindicada) en almidón alimenticio modificado se realizó de acuerdo con el flujo del procedimiento esquemático que se muestra en la Figura 1.

45 El almidón alimenticio modificado (HICAP 100® de National Starch), que sirve en el ejemplo tanto de matriz como de emulsionante, se alimentó gravimétricamente (Brabender Technologie) en el primer cilindro de una extrusora de doble husillo co-rotatorio (Thermo Fisher Scientific, HAAKE PolyLab OS con extrusora de doble tornillo PTW16/40 OS). La extrusora consistía en 10 cilindros (calentados eléctricamente y enfriados con agua) y un cabezal de troquel opcional con un diámetro de tornillo de 16 mm y una relación de longitud a diámetro de 40. Se inyectó agua desmineralizada en el segundo cilindro. Se formó una disolución del almidón alimenticio modificado en agua en los cilindros situados más abajo ajustados a 80 °C (Tabla 1). El aceite de maíz se inyectó en el cilindro 5 y se mezcló con la solución de almidón alimenticio modificado en los siguientes cilindros. La masa extruida que contiene las gotitas de aceite de maíz emulsionadas se puede recoger como un concentrado del cabezal de troquel abierto o

como hebras usando troqueles de extrusora adecuados. En la Tabla 2 se muestra una composición extruida típica. La temperatura del producto extruido no excedió de 70 °C.

- 5 Se disolvieron unos pocos cientos de miligramos del producto extruido en agua bajo agitación suave y se midió la distribución del tamaño de gotitas de aceite de maíz por difracción láser con una unidad de dispersión de muestra Malvern Mastersizer 2000 e Hydro 2000 S. El diámetro de gotita de aceite medio ponderado de área resultante ($d_{3,2}$) fue de 165 nm. La distribución del tamaño de gotita fue monomodal y bastante estrecha con las siguientes características: $d_{10\%} = 82$ nm, $d_{50\%} = 206$ nm y $d_{90\%} = 719$ nm.

Tabla 1 Configuraciones de temperatura de los cilindros de la extrusora

Cilindro	Temperatura (°C)
1	TA(temperatura ambiente)
2	80
3	80
4	80
5	80
6	80
7	80
8	80
9	80
10	60
Cabezal del troquel	60

- 10 Tabla 2: Composición extruida típica de aceite de maíz emulsionado en almidón alimenticio modificado

Ingrediente	% en peso
Almidón alimenticio modificado (HICAP 100)	70
Agua	18
Aceite de maíz	12

Ejemplo 2: Emulsificación de aceite de maíz en almidón alimenticio modificado con un agente auxiliar

- 15 La emulsificación por extrusión de aceite de maíz (no reivindicada) en almidón alimenticio modificado con un aditivo se realizó de acuerdo con el flujo del procedimiento esquemático que se muestra en la Figura 1 y como se describe en el Ejemplo 1. Sin embargo, en el cilindro 9 el agente auxiliar (celulosa microcristalina Avicel PH101, FMC BioPolymer) se alimentó gravimétricamente (Brabender Technologie) y se mezcló con los otros ingredientes en el último cilindro de la extrusora. La masa extruida que contiene las gotitas de aceite de maíz emulsionadas se puede recoger como un concentrado del cabezal de troquel abierto o como hebras usando troqueles de extrusora adecuados. En la Tabla 3 se muestra una composición extruida típica.

- 20 Se disolvieron unos pocos cientos de miligramos del producto extruido en agua bajo agitación suave y se midió la distribución del tamaño de gotitas de aceite de maíz por difracción láser con una unidad de dispersión de muestra Malvern Mastersizer 2000 e Hydro 2000 S. El diámetro de gotita de aceite medio ponderado de área resultante ($d_{3,2}$)

fue de 135 nm. La distribución del tamaño de gotita fue monomodal y bastante estrecha con las siguientes características: $d_{10\%} = 74$ nm, $d_{50\%} = 162$ nm y $d_{90\%} = 398$ nm.

Tabla 3: Composición extruida típica de aceite de maíz emulsionado en almidón alimenticio modificado con un agente auxiliar

Ingrediente	% en peso
Almidón alimenticio modificado (HICAP 100)	52
Celulosa microcristalina (Avicel PH101)	26
Agua	13
Aceite de maíz	9

5

Ejemplo 3: Emulsificación de aceite de maíz en almidón alimenticio modificado con un agente auxiliar

La emulsificación por extrusión de aceite de maíz (no reivindicada) en almidón alimenticio modificado con un agente auxiliar se realizó de acuerdo con el flujo del procedimiento esquemático que se muestra en la Figura 2. El emulsionante (almidón alimenticio modificado HICAP 100, National Starch) así como el agente auxiliar (celulosa microcristalina Avicel PH101, FMC BioPolymer) se alimentaron ambos gravimétricamente (Brabender Technologie) en el primer cilindro de una extrusora de doble husillo co-rotatorio a escala de laboratorio (Thermo Fisher Scientific, HAAKEPolylab OS con extrusora de doble husillo PTW16/40 OS). La extrusora consistía en 10 cilindros (calentados eléctricamente y enfriados con agua) y un cabezal de troquel opcional con un diámetro de tornillo de 16 mm y una relación de longitud a diámetro de 40. Se inyectó agua desmineralizada en el segundo cilindro. La temperatura de los cilindros 2 a 10, así como el cabezal del troquel, se ajustó a 50 °C. Se inyectó aceite de maíz en el cilindro 5 y se mezcló con el almidón alimenticio modificado/celulosa microcristalina en los siguientes cilindros. La masa extruida que contiene las gotitas de aceite de maíz emulsionadas puede recogerse como un concentrado del cabezal de troquel abierto o como hebras usando troqueles de extrusora adecuados. En la Tabla 4 se muestra una composición extruida típica.

10

15

20

25

Se disolvieron unos pocos cientos de miligramos del producto extruido en agua bajo agitación suave y se midió la distribución del tamaño de gotitas de aceite de maíz por difracción láser con una unidad de dispersión de muestra Malvern Mastersizer 2000 e Hydro 2000 S. El diámetro de gotita de aceite medio ponderado de área resultante ($d_{3,2}$) fue de 158 nm. La distribución del tamaño de gotita fue monomodal y bastante estrecha con las siguientes características: $d_{10\%} = 85$ nm, $d_{50\%} = 196$ nm y $d_{90\%} = 441$ nm. El tamaño de gotita de aceite de maíz también se determinó con un Malvern Zetasizer Nano. Se encontró una distribución de tamaño de gotita monomodal con un pico máximo a 371 nm.

Tabla 4: Composición extruida típica de aceite de maíz emulsionado en almidón alimenticio modificado con un agente auxiliar

Ingrediente	% en peso
Almidón alimenticio modificado (HICAP 100)	21
Celulosa microcristalina (Avicel PH101)	32
Agua	37
Aceite de maíz	11

30

Ejemplo 4: Emulsificación de vitamina A en almidón alimenticio modificado

La emulsificación por extrusión de la vitamina A en el almidón alimenticio modificado (HICAP 100[®] de National Starch) se realizó de acuerdo con el flujo del procedimiento esquemático que se muestra en la Figura 3.

El procedimiento se llevó a cabo en una extrusora de doble husillo co-rotatorio Coperion ZSK30 con una relación de longitud a diámetro de 44 y 14 cilindros. Se usó acetato de vitamina A cristalina (de DSM Nutritional Products) como

compuesto lipófilo. El procedimiento se llevó a cabo bajo atmósfera de gas inerte para proteger el compuesto sensible (a la hidrólisis y la oxidación) por dosificación de N₂ en el cilindro 1.

- 5 El almidón alimenticio modificado se alimentó gravimétricamente (Colortronic C-Flex) al cilindro 4 y el agua desmineralizada previamente calentada (a 80 °C) se inyectó en el cilindro 5. El acetato de vitamina A se fundió a 70 °C en atmósfera de nitrógeno y se añadió a la solución de almidón alimenticio modificado en el cilindro 8 de la extrusora. El compuesto se mezcló en la solución de matriz en los cilindros situados más abajo ajustados a 60 °C. (Tabla 5). La masa extruida que contenía las gotitas de aceite de emulsión puede recogerse como un concentrado del cabezal de troquel abierto o como hebras usando troqueles de extrusión adecuados. En la Tabla 6 se muestra una composición extruida típica. La temperatura del producto extruido no excedió de 70 °C.
- 10 Se disolvieron unos pocos cientos de miligramos del producto extruido en agua bajo agitación suave y se midió la distribución del tamaño de gotitas de aceite de vitamina A por difracción láser con una unidad de dispersión de muestra Malvern Mastersizer 2000 e Hydro 2000 S. El diámetro de gotita de aceite medio ponderado de área resultante ($d_{3,2}$) fue de 111 nm. La distribución del tamaño de gotita fue monomodal y más bien estrecha con las siguientes características: $d_{10\%} = 65$ nm, $d_{50\%} = 130$ nm y $d_{90\%} = 264$ nm. El contenido de vitamina A en el producto
- 15 extruido se verificó por HPLC (cromatografía líquida de alta resolución), confirmando que el componente de aceite compuesto no se había degradado o perdido durante el procesamiento de emulsificación por extrusión.

Tabla 5: Configuraciones de temperatura de los cilindros de la extrusora

Cilindro	Temperatura (° C)
1	TA (temperatura ambiente)
2	TA (temperatura ambiente)
3	TA (temperatura ambiente)
4	80
5	80
6	80
7	80
8	60
9	60
10	60
11	60
12	60
13	60
14	60
Cabezal del troquel	60

Tabla 6: Composición extruida típica del aceite de vitamina A emulsionado en almidón alimenticio modificado

Ingrediente	% en peso
Almidón alimenticio modificado (HICAP 100)	67
Agua	17
Acetato de Vitamina A	17

Ejemplo 5: Emulsificación de vitamina E en lignosulfonato

5 La emulsificación por extrusión de vitamina E en lignosulfonato se realizó de acuerdo con el flujo del procedimiento esquemático que se muestra en la Figura 4. El procedimiento se llevó a cabo en una extrusora de doble husillo co-rotatorio Coperion ZSK30 con una relación de longitud a diámetro de 44 y 14 cilindros. Se usó dl- α -tocoferol (de DSM Nutritional Products) como un compuesto lipófilo.

10 El lignosulfonato fue alimentado por un alimentador lateral al cilindro 4 y se inyectó agua al cilindro 5. Se podría añadir lignosulfonato adicional en el cilindro 8. El dl- α -tocoferol se inyectó en los cilindros 11 y 13 a la solución de lignosulfonato en la extrusora. Todas las temperaturas del cilindro se ajustaron a 60 °C. La masa extruida que contenía las gotitas de aceite de emulsión pudo recogerse como un concentrado del cabezal de troquel abierto o como hebras usando troqueles de extrusión adecuados. En la Tabla 7 se muestra una composición extruida típica.

15 Se disolvieron unos pocos cientos de miligramos del producto extruido en agua bajo agitación suave y se midió la distribución del tamaño de gotita de aceite de dl- α -tocoferol por difracción láser con una unidad de dispersión de muestra Malvern Mastersizer 2000 e Hydro 2000 S. El diámetro de gotita de aceite medio ponderado de área resultante ($d_{3,2}$) fue de 156 nm. La distribución del tamaño de gotita fue monomodal y bastante estrecha con las siguientes características: $d_{10\%} = 81$ nm, $d_{50\%} = 196$ nm y $d_{90\%} = 550$ nm.

Tabla 7: Composición extruida típica del aceite de vitamina E emulsionado en lignosulfonato

Ingrediente	% en peso
Lignosulfonato	73
Agua	11
Vitamina E	16

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un procedimiento de producción de un producto extruido, en el que dicho producto extruido comprende gotitas de emulsión de aceite en agua y en el que estas gotitas de emulsión de aceite en agua comprenden al menos un compuesto liposoluble y al menos un emulsionante y agua, caracterizado porque el procedimiento de emulsión es llevado a cabo en la extrusora, en la que el emulsionante (o una mezcla de emulsionantes) se añade primero, luego el agua y después el compuesto liposoluble; y
- 10 en el que al menos un compuesto liposoluble se elige del grupo que consiste en vitamina A o sus ésteres (por ejemplo, acetato de vitamina A y palmitato de vitamina A), vitamina E o sus ésteres (por ejemplo, acetato de vitamina E), vitamina K (fitomenadiona) y vitamina D3 (colecalfiferol) y en el que al menos un emulsionante se elige de entre el grupo que consiste en almidones (alimenticios) modificados, celulosas y derivados de celulosa (p. ej., acetato de celulosa, metilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, celulosa microcristalina) y lignosulfonato.
- 15 2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que se usa 1 % en peso a 50 % en peso, preferentemente 5 % en peso a 30 % en peso sobre la base del peso total del producto extruido, de al menos un compuesto liposoluble.
- 20 3. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que se usa 5 % en peso a 80 % en peso, preferentemente 15 % en peso a 80 % en peso, más preferentemente 30 % en peso a 80 % en peso, sobre la base del peso total del producto extruido, de al menos un emulsionante.
4. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que se usa 1 % en peso a 90 % en peso, preferentemente 1 % en peso a 80 % en peso, más preferentemente 1 % en peso a 60 % en peso sobre la base del peso total del producto extruido de agua.
- 25 5. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que se usa 1 % en peso a 30 % en peso, sobre la base del peso total del producto extruido de agua.
6. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que se usa 0,1 % en peso a 50 % en peso, sobre la base del peso total del producto extruido de al menos un agente auxiliar
- 30 7. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, en el que el agente auxiliar se elige de entre el grupo que consiste en antioxidantes (tales como ácido ascórbico o sus sales, tocoferol (sintético o natural); hidroxitolueno butilado (BHT); hidroxianisol butilado (BHA); galato de propilo; terc-butilhidroxiquinolina y/o ésteres de ácido ascórbico de un ácido graso); etoxiquina; plastificantes; estabilizadores; humectantes (tales como glicerol, sorbitol, polietilenglicol); coloides protectores; colorantes, fragancias; cargas y tampones.
8. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la temperatura dentro de la extrusora está entre 20 °C and 220 °C.
- 35 9. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el tiempo total de residencia para los ingredientes está entre 1 y 400 s.
- 40 10. Los productos extruidos que se pueden obtener por el procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizados porque el tamaño medio de partícula de las gotitas de la emulsión de aceite en agua son inferiores a 300 nm (preferentemente entre 100 nm-200 nm) medido por difracción láser con una unidad de dispersión de muestra Malvern Mastersizer 2000 e Hydro 2000 S.
11. Un alimento, alimento para animales o producto para el cuidado personal que comprende al menos un producto extruido de acuerdo con la reivindicación 10.

Figura 1: Esquema de la extrusora como se usa en el Ejemplo 1 y en el Ejemplo 2

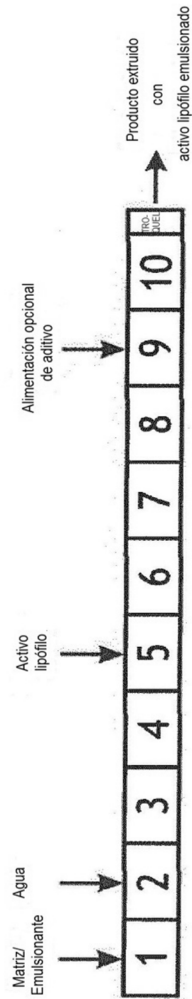


Figura 2: Esquema de la extrusora como se usa en el Ejemplo 3

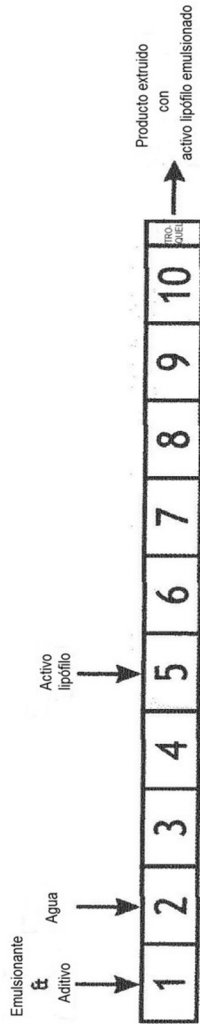


Figura 3: Esquema de la extrusora como se usa en el Ejemplo 4

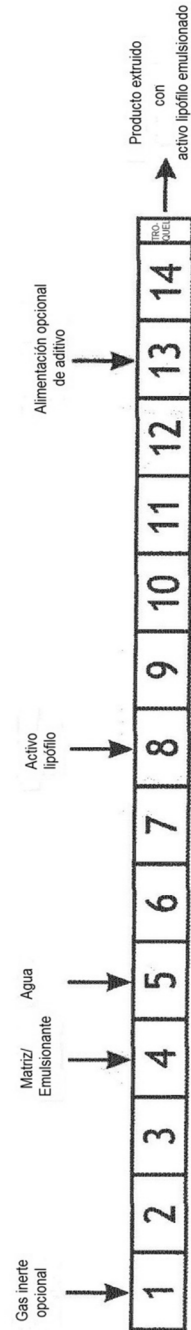


Figura 4: Esquema de la extrusora como se usa en el Ejemplo 5

