

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 676 284**

51 Int. Cl.:

**A23L 2/58** (2006.01)

**A61K 8/31** (2006.01)

**C08L 3/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **06.02.2007 PCT/EP2007/001015**

87 Fecha y número de publicación internacional: **16.08.2007 WO07090614**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.02.2007 E 07703313 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.04.2018 EP 1981915**

54 Título: **Composiciones de ingredientes activos**

30 Prioridad:

**06.02.2006 EP 06002418**

**06.02.2006 EP 06002419**

**06.02.2006 EP 06002421**

**06.02.2006 EP 06002420**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**18.07.2018**

73 Titular/es:

**DSM IP ASSETS B.V. (100.0%)**

**HET OVERLOON 1**

**6411 TE HEERLEN, NL**

72 Inventor/es:

**SCHAFFNER, DAVID;**

**SCHÄFER, CHRISTIAN y**

**SCHLEGEL, BERND**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

**ES 2 676 284 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

## Composiciones de ingredientes activos

5 La presente invención se refiere a almidones OSA mejorados, a un proceso para la fabricación de los mismos, así como a composiciones que contienen ingredientes activos, preferiblemente ingredientes activos solubles en grasa, y/o colorantes en una matriz en base a estos almidones OSA mejorados y a un proceso para preparar estas composiciones.

La presente invención adicionalmente se refiere al uso de las composiciones de esta invención para el enriquecimiento, la fortificación y/o la coloración de alimentos, bebidas, pienso para animales, cosméticos o composiciones farmacéuticas.

10 Más particularmente, la presente invención se refiere a composiciones que comprenden un almidón OSA mejorado y un ingrediente activo soluble en grasa y/o un colorante, especialmente un carotenoide, a un proceso para preparar estas composiciones y al uso de estas composiciones como aditivos para el enriquecimiento, la fortificación y/o la coloración de alimentos, bebidas (preferidas), pienso para animales, cosméticos o composiciones farmacéuticas; y a alimentos, bebidas (preferidas), pienso para animales, cosméticos o composiciones farmacéuticas que contienen dichas composiciones.

Si los polisacáridos modificados tal como se conocen en la técnica previa se utilizan como matriz para composiciones que contienen ingredientes activos (solubles en grasa) y/o colorantes, los parámetros físicos de dichas composiciones obtenidas con frecuencia difieren debido a las diferencias de calidad en los polisacáridos modificados. Por lo tanto, se necesitan composiciones, en donde la calidad del polisacárido modificado sea estandarizada o incluso mejorada.

Esta necesidad se colma mediante composiciones que comprenden

i) al menos un almidón OSA mejorado que, preferiblemente, puede obtenerse mediante el proceso de la presente invención tal como se describe más adelante,

ii) al menos un ingrediente activo soluble en grasa y/o un colorante y

25 iii) opcionalmente al menos un adyuvante y/o un excipiente.

Dichas composiciones se utilizan para el enriquecimiento, la fortificación y/o la coloración de alimentos, bebidas, pienso para animales, cosméticos o composiciones farmacéuticas; siendo dicho uso un aspecto adicional de la invención. Más aun, la invención se relaciona con alimentos, bebidas, pienso para animales, cosméticos o composiciones farmacéuticas que contienen dichas composiciones.

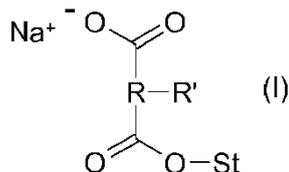
30 Los componentes i) a iii) se describen más detalladamente a continuación.

## Componente i)

Al menos un almidón OSA se utiliza preferiblemente para hacer una composición de esta invención, pero es posible utilizar una mezcla de dos o más almidones OSA diferentes en una composición.

35 Los almidones son hidrófilos y, por lo tanto, no tienen capacidades emulsionantes. Sin embargo, los almidones modificados se hacen a partir de almidones sustituidos por métodos químicos conocidos con restos hidrófobos. Por ejemplo, el almidón puede tratarse con anhídridos de ácido dicarboxílico cíclico, tales como anhídridos succínicos, sustituidos por una cadena de hidrocarburos (ver O. B. Wurzburg (editor), "Modified Starches: Properties and Uses, CRC Press, Inc. Boca Ratón, Florida, 1986 (y ediciones posteriores). Un almidón modificado particularmente preferido de esta invención tiene la siguiente fórmula (I)

40



en donde St es un almidón, R es un alquileo radical y R' es un grupo hidrófobo. Preferiblemente R es un alquileo radical inferior tal como dimetileno o trimetileno. R' puede ser un grupo alquilo o alqueno, que tiene preferiblemente 5 a 18 átomos de carbono. Un compuesto preferido de fórmula (I) es un "almidón OSA" (octenil succinato sódico de almidón). El grado de sustitución, es decir, el número de grupos hidroxilo esterificados con respecto al número de grupos hidroxilo no esterificados libres comúnmente varía en un rango de 0,1% a 10%, preferiblemente en un rango de 0,5% a 4%, más preferiblemente en un rango de 3% a 4%.

45

- La expresión "almidón OSA" denota cualquier almidón (de cualquier fuente natural tal como maíz, maíz ceroso, trigo, tapioca y papa o sintetizado) que se trató con anhídrido octenil succínico (OSA). El grado de sustitución, es decir, el número de grupos hidroxilo esterificados con OSA con respecto al número de grupos hidroxilo no esterificados libres comúnmente varía en un rango de 0,1% a 10%, preferiblemente en un rango de 0,5% a 4%, más preferiblemente en un rango de 3% a 4%. Los almidones OSA también se conocen como "almidón alimenticio modificado".
- Estos almidones OSA pueden contener hidrocoloides adicionales, tales como almidón, maltodextrina, carbohidratos, goma, jarabe de maíz etc. y opcionalmente cualquier emulsionante típico (como co-emulgador), tal como mono y diglicéridos de ácidos grasos, ésteres de poliglicerol de ácidos grasos, lecitinas, monostearato de sorbitán y fibra vegetal o azúcar.
- La expresión "almidones OSA" también abarca almidones comercializados por ejemplo, por National Starch con los nombres comerciales HiCap 100, Capsul, Capsul HS, Purity Gum 2000, UNI-PURE, HYLON VII; de Roquette Frères; de CereStar con el nombre comercial C\*EmCap o de Tate & Lyle. Estos almidones comercialmente disponibles también son materiales de partida adecuados para los almidones OSA mejorados de la presente invención.
- La expresión "almidones OSA" adicionalmente también abarca almidones OSA que fueron hidrolizados enzimáticamente parcialmente, por ejemplo, mediante glicosilasas (EC 3,2; ver <http://www.chem.qmul.ac.uk/iubmb/enzyme/EC3,2/>) o hidrolasas, así como almidones OSA que fueron hidrolizados químicamente parcialmente mediante métodos conocidos. La expresión "almidones OSA" abarca también almidones OSA que fueron primero hidrolizados enzimáticamente parcialmente y luego adicionalmente hidrolizados químicamente. Alternativamente también es posible hidrolizar primero el almidón (ya sea enzimáticamente o químicamente o ambas) y luego tratar el almidón hidrolizado parcialmente con anhídridos de ácido dicarboxílico cíclico tal como anhídridos succínicos, sustituidos por una cadena de hidrocarburos, preferiblemente tratarlo con anhídrido octenil succínico.
- La hidrólisis enzimática convencionalmente se lleva a cabo a una temperatura de aproximadamente 5 a aproximadamente < 100°C, preferiblemente a una temperatura de aproximadamente 5 a aproximadamente 70°C, más preferiblemente a una temperatura de aproximadamente 20 a aproximadamente 55°C.
- Las glicosilasas/hidrolasas pueden provenir de frutas, origen animal, bacterias u hongos. La glicosilasa/hidrolasa puede presentar endoactividad y/o exoactividad. Por lo tanto, pueden utilizarse preparaciones enzimáticas de endo y exoglicosilasas/hidrolasas o cualquiera de sus mezclas. Comúnmente las glicosilasas/hidrolasas también presentan actividades secundarias desconocidas, pero no son cruciales para la fabricación del producto deseado.
- Ejemplos de glicosilasas son las preparaciones enzimáticas comercializadas por los proveedores Novozymes, Genencor, AB-Enzymes, DSM Food Specialities, Amano, etc.
- Preferiblemente las hidrolasas son  $\alpha$ -amilasas, glucoamilasas,  $\beta$ -amilasas o enzimas desramificadoras tal como isoamilasas y pululanasas.
- La glicosilasa/hidrolasa se agrega para proporcionar una concentración de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 10% en peso, preferiblemente de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 1% en peso, en base al peso seco del almidón OSA. En una realización preferida del proceso de la invención, la enzima se agrega de una sola vez. La hidrólisis enzimática también se lleva a cabo en etapas. Por ejemplo, la glicosilasa/hidrolasa o una mezcla de glicosilasas/hidrolasas se agrega al lote de incubación en una cantidad de, por ejemplo, 1% luego de lo cual, por ejemplo, luego de 5 a 10 minutos (a una temperatura de 35°C) se agrega más glicosilasa/hidrolasa o una mezcla de glicosilasas/hidrolasas que pueden ser iguales o diferentes de la primera glicosilasa/hidrolasa agregada o mezcla de glicosilasas/hidrolasas, por ejemplo, en una cantidad de 2% luego de lo cual el lote de incubación se hidroliza a 35°C durante 10 minutos. Utilizando este procedimiento, pueden utilizarse los almidones OSA de partida que tienen un grado de hidrólisis de aproximadamente cero.
- La duración de la hidrólisis puede variar entre aproximadamente unos pocos segundos y aproximadamente 300 minutos. La duración exacta del tratamiento enzimático puede determinarse de forma empírica con respecto a las propiedades deseadas del almidón OSA, tal como estabilidad emulsionante, capacidad emulsionante, tamaño de la gotita de la emulsión, dependiendo mucho de parámetros como la actividad enzimática o composición del sustrato. Alternativamente puede determinarse midiendo la osmolaridad (W. Dzwokak y S. Ziajka, Journal of food science, 1999, 64 (3) 393-395).
- La inactivación de la glicosilasa/hidrolasa se logra de forma adecuada mediante desnaturalización por calor, por ejemplo, calentando el lote de incubación hasta aproximadamente 80 a 85°C durante 5 a 30 minutos, especialmente durante 5 a 10 minutos.
- La expresión "almidones OSA mejorados" se refiere a almidones OSA, donde las partes se han separado.
- En el caso de la separación mediante sedimentación (= centrifugación) y/o microfiltración se separan las partes no solubles a presión atmosférica en agua a una temperatura en el rango de 1 a < 100°C (por ejemplo, de 1 a 98°C), preferiblemente en el rango de 30 a 75°C.

5 En el caso de separación mediante ultrafiltración las partes se separan especialmente a una temperatura en el rango de 1 a < 100°C (por ejemplo, de 1 a 98°C). Estas partes no se separan de acuerdo con su solubilidad sino de acuerdo con su corte de peso molecular nominal que varía preferiblemente en el rango de 150 Da a 500 KDa, más preferiblemente en el rango de 1 kDa a 200 kDa, más preferiblemente en el rango de 10 kDa a 100 kDa. La presión transmembrana (TMP) durante la ultrafiltración permanece preferiblemente en el rango de 0,5 a 3 bar, más preferiblemente en el rango de 0,8 a 2 bar, más preferiblemente en el rango de 0,8 a 1 bar. Pequeñas partículas se separan; las partes que permanecen en la membrana se usan luego adicionalmente.

10 En una realización preferida de la presente invención la expresión "almidones OSA mejorados" se refiere a almidones OSA en los cuales la turbidez de soluciones acuosas al 10% de dichos almidones OSA se ubica en el rango de 1-200 UNT, preferiblemente en el rango de 1-150 UNT, más preferiblemente en el rango de 1-110 UNT, aun más preferiblemente en el rango de 1-100 UNT, más preferiblemente ≤ 100 UNT. Dichos almidones OSA con la turbidez dada también son almidones OSA "mejorados" en el contexto de la presente invención y pueden obtenerse separando partes no solubles a presión atmosférica en agua a una temperatura en el rango de 1 a < 100°C (por ejemplo, de 1 a 98°C) mediante centrifugación.

15 La turbidez de dichas soluciones acuosas se mide espectrofotométricamente a una longitud de onda de 455 nm utilizando un Turbidímetro HACH 2100 AN de acuerdo con el Método de USEPA 180.1 a temperatura ambiente y a presión atmosférica. La turbidez luego se expresa en unidades nefelométricas de turbidez (UNT).

Componente ii)

20 La expresión "ingredientes activos" tal como se utiliza en la presente abarca "ingredientes activos solubles en grasa" así como "ingredientes activos solubles en agua". Se prefieren los "ingredientes activos solubles en grasa".

La expresión "ingrediente activo soluble en grasa" tal como se utiliza en la presente abarca vitaminas solubles en grasa y compuestos relacionados funcionalmente que pueden utilizarse para el enriquecimiento o fortificación de alimentos, bebidas, pienso para animales, cosméticos o composiciones farmacéuticas.

25 Ejemplos de dichas vitaminas solubles en grasa son las vitaminas de los grupos A, D, E o K o sus derivados tales como sus acetatos, por ejemplo, acetato de vitamina A o acetato de tocoferol, o sus ésteres de ácido graso de cadena larga, por ejemplo, palmitato de vitamina A o palmitato de tocoferol.

30 Ejemplos de compuestos relacionados funcionalmente son, por ejemplo, ácidos grasos poliinsaturados (AGPs) o sus derivados, triglicéridos ricos en ácidos grasos poliinsaturados tales como ácido eicosapentaenoico (AEP), ácido docosahexaenoico (ADH) o ácido γ-linolenico (AGL), o coenzima Q 10 (CoQ 10). También se incluyen filtros solares solubles en grasa, tales como filtros UV-A y UV-B utilizados para el cuidado del sol y preparaciones cosméticas.

La expresión "colorante" tal como se utiliza en la presente comprende un caroteno o compuesto de polieno relacionado estructuralmente que puede utilizarse como un colorante para alimentos, bebidas, pienso para animales, cosméticos o composiciones farmacéuticas.

35 Ejemplos de dichos carotenos o compuestos de polieno relacionados estructuralmente son carotenoides tales como α-caroteno, β-caroteno, 8'-apo-β-carotenal, ésteres de ácido 8'-apo-β-carotenoico tales como el éster de etilo, cantaxantina, astaxantina, éster de astaxantina, licopeno, luteína, (di)éster de luteína, zeaxantina o crocetina, α- o β-zeacaroteno o mezclas de los mismos. El carotenoide preferido es β-caroteno.

40 Por lo tanto, un aspecto preferido de la invención trata con composiciones que contienen al menos un almidón OSA mejorado y β-caroteno como colorante. Estas composiciones, cuando se disuelven, dispersan o diluyen en/con agua hasta alcanzar una concentración final de β-caroteno de 10 ppm se caracterizan típicamente mediante espectroscopía ultravioleta/visible utilizando agua desionizada como referencia. A un grosor de muestra de 1 cm las dispersiones muestran una extinción de al menos 0,2 (preferiblemente superior a 1,0) unidades de absorbancia a la longitud de onda de densidad óptica máxima en el rango de 400 a 600 nm. Esto equivale a un coeficiente de extinción formal de β-caroteno en dispersión acuosa E(1%, 1cm) de 200 a 1000 (preferiblemente >1000).

45 La medición de E1/1 se describe explícitamente en el ejemplo 40.

Se entiende que las sustancias nombradas anteriormente de las categorías "ingrediente activo soluble en grasa" y "colorante" también pueden utilizarse como mezclas dentro de las composiciones de la presente invención.

50 En una realización preferida la cantidad del almidón OSA mejorado i) se ubica en el rango de 10 a 99,9% en peso (preferiblemente en el rango de 20 a 80% en peso, más preferiblemente en el rango de 40 a 60% en peso), la cantidad del ingrediente activo (soluble en grasa) y/o colorante ii) se ubica en el rango de 0,1 a 90% en peso (preferiblemente en el rango de 5 a 20% en peso) y la cantidad del adyuvante y/o excipiente iii) se ubica en el rango de 0 a 50% en peso, en base a la cantidad total de la composición.

Componente iii)

De forma adecuada, las composiciones de la presente invención (adicionalmente) contienen uno o más excipientes y/o adyuvantes seleccionados del grupo que consiste en monosacáridos, disacáridos, oligosacáridos y polisacáridos, glicerol, triglicéridos (diferentes de los triglicéridos ricos en ácidos grasos poliinsaturados mencionados anteriormente), antioxidantes solubles en agua y antioxidantes solubles en grasa.

5 Ejemplos de mono y disacáridos que pueden estar presentes en las composiciones de la presente invención son sacarosa, azúcar invertida, xilosa glucosa, fructosa, lactosa, maltosa, sacarosa y alcoholes de azúcar.

Ejemplos de los oligo y polisacáridos son almidón, hidrolizados de almidón, por ejemplo, dextrinas y maltodextrinas, especialmente aquellos que tienen el rango de 5 a 65 equivalentes de dextrosa (ED), y jarabe de glucosa, especialmente el que tiene el rango de 20 a 95 ED. La expresión "equivalentes de dextrosa" (ED) denota el grado de hidrólisis y es una medida de la cantidad de azúcar reductora calculada como D-glucosa en base al peso seco; la escala es en base a almidón nativo que tiene un ED cercano a 0 y glucosa que tiene un ED de 100.

El triglicérido es, de forma adecuada, un aceite o grasa vegetal, preferiblemente aceite de maíz, aceite de girasol, aceite de soya, aceite de cártamo, aceite de colza, aceite de maní, aceite de palma, aceite de palmiste, aceite de semillas de algodón, aceite de oliva o aceite de coco.

15 Las composiciones sólidas adicionalmente pueden contener un agente antiaglomerante, tal como ácido silícico o fosfato de tricalcio y similares, y hasta 10% en peso, como regla 2 a 5% en peso, de agua, en base al peso total de la composición sólida.

El antioxidante soluble en agua puede ser, por ejemplo, ácido ascórbico o una sal del mismo, preferiblemente ascorbato de sodio, polifenoles solubles en agua tales como hidroxitirosol y oleuropeína aglicona, epigallocatequingalato (EGCG) o extractos de romero o aceitunas.

El antioxidante soluble en grasa puede ser, por ejemplo, un tocoferol, por ejemplo, dl- $\alpha$ -tocopherol (es decir, tocoferol sintético), d- $\alpha$ -tocopherol (es decir, tocoferol natural),  $\beta$ - o  $\gamma$ -tocopherol, o una mezcla de dos o más de estos; hidroxitolueno butilado (HTB); hidroxianisol butilado (HAB); etoiquina, galato de propilo; hidroxiquinolina de terc-butilo; o 6-etoxi-1,2-dihidroxi-2,2,4-trimetilquinolina (EMQ), o éster de ácido ascórbico de un ácido graso, preferiblemente palmitato o estearato de ascorbilo.

Dependiendo del pH de la solución de la matriz acuosa el éster de ácido ascórbico de un ácido graso, particularmente palmitato o estearato de ascorbilo, puede agregarse alternativamente a la fase de agua.

Las composiciones de la presente invención pueden ser composiciones sólidas, es decir, estables, polvos solubles en agua o dispersables o pueden ser composiciones líquidas, es decir, soluciones coloidales acuosas o dispersiones de aceite en agua de los polvos anteriormente mencionados. Las dispersiones de aceite en agua estabilizadas, que pueden ser emulsiones de aceite en agua o pueden presentar una mezcla de partículas suspendidas, es decir, sólidas, y gotitas emulsionadas, es decir, líquidas, pueden prepararse mediante los métodos descritos más adelante o mediante cualquier forma análoga.

Más específicamente, la presente invención se relaciona con composiciones estables en forma de polvo que comprenden uno o más ingredientes activos (solubles en grasa) y/o uno o más colorantes en una matriz de una composición de almidón OSA mejorado.

Típicamente, una composición en polvo de acuerdo con la presente invención comprende

Ingrediente	Cantidad
un almidón OSA mejorado	10 a 99,9% en peso, preferiblemente 20 a 80% en peso, más preferiblemente 40 a 60% en peso
si el ingrediente activo soluble en grasa es un carotenoide tal como $\beta$ -caroteno se aplican las cantidades que figuran a la derecha	10 a 99,9% en peso, preferiblemente 20 a 80% en peso, más preferiblemente 50 a 70% en peso
un ingrediente activo soluble en grasa y/o un colorante	0,1 a 90% en peso, preferiblemente 0,5 a 60% en peso
si el ingrediente activo soluble en grasa es un carotenoide tal como $\beta$ -caroteno se aplican las cantidades que figuran a la derecha	0,01 a 50% en peso, preferiblemente 0,1 a 50% en peso, más preferiblemente 0,5 a 30% en peso
un mono o disacárido	0 a 70% en peso, preferiblemente 0 a 40% en peso
un hidrolizado de almidón	0 a 70% en peso, preferiblemente 0 a 40% en peso

Ingrediente	Cantidad
Glicerol	0 a 20% en peso, preferiblemente 0 a 10% en peso
un triglicérido	0 a 50% en peso, preferiblemente 0 a 30% en peso
uno o más antioxidantes solubles en agua	0 a 5% en peso, preferiblemente 0 a 2% en peso
uno o más antioxidantes solubles en grasa	0 a 7% en peso, 0 a 5% en peso, preferiblemente 0 a 2% en peso
un almidón	0 a 50% en peso, preferiblemente 0 a 35% en peso
agente antiaglomerante	0 a 5% en peso, preferiblemente 1% en peso, preferiblemente 0,5 a 2% en peso
Agua	0 a 10% en peso, preferiblemente 1 a 5% en peso

Incluso en otro aspecto de la invención, las composiciones de acuerdo con la invención adicionalmente pueden contener proteínas (de origen vegetal o animal) o proteínas hidrolizadas que actúan como coloides protectores, por ejemplo, proteínas de soya, arroz (endospermo) o lupina, o proteínas hidrolizadas de soya, arroz (endospermo) o lupina, así como gomas vegetales (tal como goma acacia o goma arábiga) o gomas vegetales modificadas. Dichas proteínas o gomas vegetales adicionales pueden estar presentes en las formulaciones de la invención en una cantidad de 1 a 50% en peso en base a la cantidad total del almidón OSA mejorado en la formulación/composición.

Fabricación de componente i), el almidón OSA mejorado

El almidón OSA mejorado puede fabricarse mediante un proceso que comprende los siguientes pasos:

- 10 a) preparar una solución o suspensión acuosa de un almidón OSA, que tiene preferiblemente un contenido de masa seca en el rango de 0,5 a 80% en peso, en base al peso total de la solución o suspensión acuosa, con lo cual la temperatura del agua se encuentra preferiblemente en el rango de 1 a < 100°C;
- b) separar partes del almidón OSA, preferiblemente a presión atmosférica en agua a una temperatura en el rango de 1 a < 100°C;
- 15 En caso de separación mediante sedimentación (centrifugación) o microfiltración las partes a ser separadas son especialmente aquellas partes que no son solubles a presión atmosférica en agua a una temperatura en el rango de 1 a < 100°C.
- c) opcionalmente convertir el almidón OSA mejorado obtenido de este modo en una forma sólida.

A continuación se describen detalles de este proceso.

#### 20 Paso a)

En el paso a) se prepara preferiblemente una solución o suspensión acuosa de un almidón OSA (con la definición y las preferencias tal como se describen anteriormente en el capítulo componente i)) que tiene un contenido de masa seca en el rango de 0,1 a 80% en peso, preferiblemente en el rango de 0,5 a 80% en peso, cuando se realiza el paso b) mediante sedimentación/centrifugación y microfiltración.

25 También es posible utilizar mezclas de almidones OSA. Las relaciones en peso de una mezcla de dos almidones OSA diferentes pueden variar en un rango de 1:99 a 99:1. Preferiblemente se utiliza una mezcla de HiCap 100 y Capsul HS. Más preferiblemente se utiliza una mezcla de 50 a 80% en peso de HiCap 100 y 20 a 50% en peso de Capsul HS. Incluso más preferiblemente se utiliza una mezcla de 50% en peso de HiCap 100 y 50% en peso de Capsul HS.

30 En una realización preferida adicional de la invención el agua tiene una temperatura en el rango de 30 a 75°C.

#### Paso b)

El paso b) se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura en el rango de 1 a < 100°C (por ejemplo, de 1 a 98°C), más preferiblemente a una temperatura en el rango de 30 a 75°C.

35 El paso b) se lleva a cabo mediante sedimentación (preferiblemente mediante centrifugación) y microfiltración, especialmente mediante filtración de flujo cruzado.

La sedimentación es un método que separa de acuerdo con la densidad.

La (micro)filtración es un método que separa de acuerdo con el tamaño de partícula.

Si se llevan a cabo la sedimentación/centrifugación y filtración, comúnmente la sedimentación/centrifugación se lleva a cabo primero y a continuación la filtración, es decir, en una realización preferida de la presente invención, primero se lleva a cabo una centrifugación y luego una microfiltración.

5 La centrifugación puede llevarse a cabo a 1000 a 20000 g dependiendo del contenido de masa seca del almidón OSA en la solución o suspensión acuosa. Si el contenido de masa seca del almidón OSA en la solución o suspensión acuosa es alto, la fuerza de centrifugación aplicada también es alta. Por ejemplo, para una solución o suspensión acuosa con un contenido de masa seca del almidón OSA de 30% en peso puede ser adecuada una fuerza de centrifugación de 12000 g para alcanzar la separación deseada.

10 La centrifugación puede llevarse a cabo con contenidos de masa seca en el rango de 0,1-60 % en peso, preferiblemente en el rango de 10-50% en peso, más preferiblemente en el rango de 15-40% en peso a temperaturas en el rango de 2-99°C, preferiblemente en el rango de 10-75°C, más preferiblemente en el rango de 40- 60°C.

15 En el contexto de la presente invención, microfiltración significa que las partículas que tienen un tamaño mayor que 0,05 µm a 10 µm, especialmente las partículas que tienen un tamaño mayor que 1 µm a 5 µm, se separan. Estas partes separadas forman el denominado material retenido de la microfiltración.

20 La microfiltración puede llevarse a cabo con membranas hidrófilas tales como membranas de cerámica (por ejemplo, comercializadas por Tami con el nombre "Ceram inside") o con membranas de celulosa regenerada (por ejemplo, comercializadas por Sartorius con el nombre "Hydrosart") o un filtro poroso de tubos de acero, comercializado por LIGACON W.Röll & CO. AG (Suiza). Estas membranas tienen preferiblemente un tamaño de poro en el rango de 0,5 a 5 µm.

En el contexto de la presente invención las partes separadas mediante microfiltración se denominan el "material retenido" mientras que la solución restante sin las partes separadas se denomina el "permeado".

25 Las "partes no solubles" adicionalmente pueden dividirse en una "fracción sólida" y "partes solubles en agua tibia". La expresión "partes solubles en agua tibia" se refiere a las partes que no son solubles en agua a una temperatura en el rango de 1 a 30°C, sino en agua a una temperatura de > 30°C a < 100°C (por ejemplo, de 31 a 98°C).

La expresión "fracción sólida" se refiere a partes que no son solubles en agua a una temperatura en el rango de 1 a < 100°C. Por lo tanto, dicha fracción sólida es incluso no soluble en agua a una temperatura en el rango de 30 a < 100°C (por ejemplo, en el rango de 30 a 98°C).

30 Los pasos a) y b) pueden llevarse a cabo varias veces posteriormente, y a temperaturas diferentes. Esto significa también que si se utiliza una mezcla de dos almidones OSA diferentes (por ejemplo, una mezcla de HiCap 100 y Capsul) pueden purificarse de forma separada o juntos. Sorprendentemente se ha descubierto que una mezcla de dos diferentes almidones OSA, donde solamente un almidón OSA ha sido mejorado de acuerdo con el proceso de la presente invención, conduce a composiciones β-caroteno y bebidas que las contienen aun mejores que el uso de una mezcla de almidones OSA no mejorados. La mezcla de dos almidones OSA diferentes mejorados (mejorados de acuerdo con el proceso de la presente invención) conduce a composiciones β-caroteno y bebidas que las contienen aun mejores que el uso de una mezcla de dos diferentes almidones OSA, donde solamente un almidón OSA ha sido mejorado de acuerdo con el proceso de la presente invención.

40 En una realización de la presente invención la solución o suspensión acuosa puede prepararse con agua fría (agua a una temperatura de 1 a 30°C) (paso a) y también puede sedimentarse (centrifugarse) y/o filtrarse a esta temperatura (paso b).

En otra realización de la presente invención la solución o suspensión acuosa puede prepararse con agua tibia (agua a una temperatura de > 30 a < 100°C) (paso a) y también puede sedimentarse (centrifugarse) y/o filtrarse a esta temperatura (paso b).

45 En una realización adicional de la presente invención la solución o suspensión acuosa puede prepararse con agua tibia (agua a una temperatura de > 30 a < 100°C) (paso a), luego puede enfriarse hasta una temperatura por debajo de 30°C y sedimentarse (centrifugarse) y/o filtrarse a esta temperatura inferior (paso b).

En una realización adicional de la presente invención el pH de la solución o suspensión acuosa del almidón OSA adicionalmente se ajusta hasta un valor de 2 a 5.

50 Paso c)

La conversión en una forma sólida, por ejemplo, un polvo seco, puede alcanzarse mediante secado por pulverización o liofilización. El secado por pulverización se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura de entrada de 140°C a 210°C y a una temperatura de salida de 50°C a 75°C. La liofilización se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura de -20°C a -50°C durante 10 a 48 horas.

La forma sólida adicionalmente puede ser granulada.

Especialmente, el proceso de acuerdo con la invención para mejorar el almidón OSA tal como se describe anteriormente conduce a propiedades del almidón OSA funcionales generales mejoradas, tales como mejores propiedades emulsionantes, solubilidad en general más alta y más rápida en solución acuosa así como mejor solubilidad en agua fría y mejores propiedades de formación de película.

Así, un aspecto adicional de la invención es un almidón OSA mejorado que puede obtenerse mediante el proceso de acuerdo con la invención descrito anteriormente.

La Figura 1 ilustra una realización de la presente invención con lo cual la separación se realiza mediante una filtración de flujo cruzado. De forma ventajosa la membrana se limpia mediante un reflujo del permeado en un modo pulsado. En la presente, se utilizan las siguientes abreviaturas: DP = diferencia de presión, T = temperatura, F = flujo, I = indicación, C = control.

Proceso para la fabricación de las composiciones de acuerdo con la invención

La presente invención adicionalmente se relaciona con un proceso para la fabricación de dichas composiciones tal como se describe anteriormente que comprende los siguientes pasos:

I) preparar una solución acuosa o solución coloidal de un almidón OSA a una temperatura en el rango de 1 a < 100°C,

II) separar partes (en caso de separación mediante centrifugación y/o microfiltración: partes no solubles) de dicha solución acuosa o solución coloidal obtenida en el paso I) para obtener una solución acuosa de un almidón OSA mejorado,

o en lugar de realizar I y II llevar a cabo posteriormente el paso I-II), es decir, preparar una solución acuosa o solución coloidal de un almidón OSA mejorado, preferiblemente de un almidón OSA mejorado que puede obtenerse mediante el proceso de la invención tal como se describe anteriormente que comprende los pasos a) a c),

III) opcionalmente agregar al menos un excipiente y/o adyuvante soluble en agua a la solución preparada en el paso I), II) o I-II),

IV) preparar una solución o dispersión de al menos un ingrediente activo, preferiblemente de al menos un ingrediente activo soluble en grasa, y/o colorante y opcionalmente al menos un adyuvante y/o excipiente soluble en grasa,

V) mezclar las soluciones preparadas en el paso II) (o I-II)) a IV) entre sí,

VI) homogeneizar la mezcla resultante,

VII) opcionalmente convertir la dispersión obtenida en el paso VI) en un polvo, con lo cual opcionalmente las partes (en caso de centrifugación y/o microfiltración: especialmente las partes no solubles) separadas en el paso II) (o paso b)) se agregan parcialmente o totalmente durante la conversión o antes de la misma, opcionalmente con adición de agua, y

VIII) opcionalmente secar el polvo obtenido en el paso VII).

Este proceso para la fabricación de las composiciones de la presente invención puede llevarse a cabo tal como se describe para la preparación de composiciones en base a la matriz de ingrediente activo (soluble en grasa) y/o composiciones colorantes para el enriquecimiento, la fortificación y/o la coloración de alimentos, bebidas, pienso para animales, cosméticos o composiciones farmacéuticas, por ejemplo, en los documentos EP-A 0 285 682, EP-A 0 347 751, EP-A 0 966 889, EP-A 1 066 761, EP-A 1 106 174, WO 98/15195, EP-A 0 937 412, EP-A 0 065 193 o los correspondientes documentos US 4.522.743, WO 02/102298, EP-A 1 300 394 y en EP-A 0 347 751, cuyo contenido se incorpora a la presente a modo de referencia.

Los pasos I a III abarcan la preparación de la matriz, con lo cual los pasos V a VI se dirigen a la preparación de la emulsión.

Pasos I y II

Estos pasos pueden llevarse a cabo tal como se describe anteriormente para los pasos a) y b). También se llevaron a cabo posteriormente varias veces. Las partes solubles en agua tibia también pueden separarse como la fracción sólida así como ambas. También pueden utilizarse mezclas de almidones OSA como ya se describió anteriormente para el paso b).

Durante el paso I también pueden agregarse otros ingredientes solubles en agua de la composición final tales como antioxidantes solubles en agua.

## Paso III

Ejemplos de excipientes y/o adyuvantes solubles en agua son monosacáridos, disacáridos, oligosacáridos y polisacáridos, glicerol y antioxidantes solubles en agua. Ejemplos de los mismos se proporcionan anteriormente.

- 5 Durante el paso III, también pueden agregarse otros ingredientes solubles en agua de la composición final tales como antioxidantes solubles en agua.

## Paso IV

El ingrediente activo (soluble en grasa) y/o colorante y excipientes y adyuvantes solubles en grasa opcionales se utilizan como tales o disueltos o suspendidos en un triglicérido y/o un disolvente (orgánico).

- 10 Disolventes orgánicos adecuados son hidrocarburos alifáticos halogenados, éteres alifáticos, carbonatos alifáticos y cíclicos, ésteres alifáticos y ésteres cíclicos (lactonas), cetonas alifáticas y cíclicas, alcoholes alifáticos y mezclas de los mismos.

- 15 Ejemplos de hidrocarburos alifáticos halogenados son alcanos  $C_1$  a  $C_{15}$  mono o polihalogenados lineales, ramificados o cíclicos. Ejemplos especialmente preferidos son alcanos  $C_1$  a  $C_{15}$  mono o policlorados o bromados lineales, ramificados o cíclicos. Más preferidos son los alcanos  $C_1$  a  $C_{15}$  mono o policlorados lineales, ramificados o cíclicos. Aun más preferidos son cloruro de metileno y cloroformo.

Ejemplos de ésteres alifáticos y ésteres cíclicos (lactonas) son acetato de etilo, acetato de isopropilo y acetato de n-butilo; y  $\gamma$ -butirolactona.

Ejemplos de cetonas alifáticas y cíclicas son acetona, dietilcetona e isobutilmetilcetona; y ciclopentanona e isoforona.

- 20 Ejemplos de carbonatos cíclicos son especialmente carbonato de etileno y carbonato de propileno y mezclas de los mismos.

Ejemplos de éteres alifáticos son éteres de dialquilo, donde el resto alquilo tiene 1 a 4 átomos de carbono. Un ejemplo preferido es éter dimetílico.

Ejemplos de alcoholes alifáticos son etanol, iso-propanol, propanol y butanol.

- 25 Adicionalmente puede utilizarse como disolvente cualquier aceite (triglicéridos), aceite de naranja, limoneno o similares y agua.

## Paso V

El ingrediente activo (soluble en grasa) y/o colorante o la solución o dispersión del mismo, respectivamente, se agrega luego a la solución acuosa (coloidal) con agitación.

- 30 Paso VI

Para las tecnologías convencionales de homogeneización, tal como homogeneización de alta presión, puede aplicarse emulsificación de alto corte (sistemas rotor-estator), micronización, molienda húmeda, emulsificación por microcanales, membrana emulsificación o ultrasonificación. Otras técnicas utilizadas para la preparación de composiciones que contienen ingredientes activos (solubles en grasa) y/o colorante para el enriquecimiento, la fortificación y/o la coloración de alimentos, bebidas, pienso para animales, cosméticos o composiciones farmacéuticas se divulgan en los documentos EP-A 0 937 412 (especialmente los párrafos [0008], [0014], [0015], [0022] a [0028]), EP-A 1 008 380 (especialmente los párrafos [0005], [0007], [0008], [0012], [0022], [0023] a [0039]) y en el documento US 6.093.348 (especialmente columna 2, línea 24 a columna 3, línea 32; columna 3, línea 48 a 65; columna 4, línea 53 a columna 6, línea 60), cuyo contenido se incorpora a la presente a modo de referencia.

- 40 Paso VII

La dispersión obtenida de esta forma, que es una dispersión aceite en agua, puede convertirse luego de eliminar el disolvente orgánico (si está presente) en una composición sólida, por ejemplo, un polvo seco, utilizando cualquier tecnología convencional, tal como secado por pulverización, secado por pulverización en combinación con granulación de lecho fluidizado (esta última técnica comúnmente conocida como secado por pulverización fluidizado o FSD), o mediante una técnica de captura de polvo con lo cual las gotitas de la emulsión pulverizada se captan en un lecho de un absorbente, tal como almidón, y posteriormente se secan.

- 45 Paso VIII

El secado puede llevarse a cabo a una temperatura de entrada de 100 a 250°C, preferiblemente de 150°C a 200°C, más preferiblemente de 160 a 190°C, y/o a una temperatura de salida de 45 a 160°C, preferiblemente de 55 a 110°C, más preferiblemente de 65 a 95°C.

- 50

5 En caso de separación mediante centrifugación y/o microfiltración "agregar las partes no solubles durante la conversión" significa que las partes separadas no solubles (ya sean las partes solubles en agua tibia o la fracción sólida o ambas) pueden agregarse luego de finalizado el paso VI dentro de la mezcla homogeneizada (la emulsión) o pueden agregarse de forma separada como componente adicional dentro de la secadora por pulverización o pueden agregarse al lecho del absorbente o pueden agregarse en muchos puntos de tiempo diferentes del proceso.

En otra realización de la presente invención un almidón OSA (mejorado de acuerdo con la presente invención o no), o una mezcla de dos o más almidones OSA diferentes, se agrega a la emulsión antes del secado.

10 Para la producción de formas del producto líquidas y sólidas tales como suspensiones aceite en agua, emulsiones de aceite en agua o polvos el almidón OSA mejorado (tal como se describe anteriormente) utilizado en las mismas actúa como ingredientes multifuncionales.

15 La presente invención también se dirige al uso de composiciones tal como se describe anteriormente para el enriquecimiento, la fortificación y/o la coloración de alimentos, bebidas, pienso para animales, cosméticos o composiciones farmacéuticas, preferiblemente para el enriquecimiento, la fortificación y/o la coloración de bebidas. No se produce la "formación de anillos", es decir, la separación no deseada de partes insolubles en la superficie de botellas llenas de bebidas que contienen las composiciones de la presente invención.

Otros aspectos de la invención son alimentos, bebidas, pienso para animales, cosméticos y composiciones farmacéuticas, especialmente bebidas, que contienen una composición tal como se describe anteriormente.

20 Bebidas en donde las formas del producto de la presente invención pueden utilizarse como un colorante o un ingrediente funcional pueden ser bebidas carbonatadas, por ejemplo, aguas con gas saborizadas, refrescos o bebidas minerales, así como bebidas no carbonatadas, por ejemplo, aguas saborizadas, jugos de fruta, ponches de frutas y formas concentradas de estas bebidas. Pueden tener como base jugos naturales de frutas o vegetales o sabores artificiales. También se incluyen bebidas alcohólicas y bebidas en polvo instantáneo. Asimismo, también se incluyen bebidas con azúcar, bebidas dietéticas con edulcorantes no calóricos y artificiales.

25 Más aun, los productos lácteos, obtenidos de fuentes naturales o sintéticas, se encuentran dentro del alcance de los productos alimenticios en donde las formas del producto de la presente invención pueden utilizarse como un colorante o como un ingrediente funcional. Ejemplos típicos de dichos productos son bebidas lácteas, helados, quesos, yogurts y similares. Productos sustitutos de leche tales como bebidas de leche de soya y productos de tofu también se comprenden dentro del rango de aplicación.

30 También se incluyen dulces que contienen las formas del producto de la presente invención como un colorante o como un ingrediente funcional, tales como productos de repostería, golosinas, gomas, postres, por ejemplo, helados, gelatinas, budines, polvos instantáneos para preparar budines y similares.

También se incluyen los cereales, tentempiés, galletas, pasta, sopas y salsas, mayonesa, aderezos para ensaladas y similares que contienen las formas del producto de la presente invención como un colorante o un ingrediente funcional. Adicionalmente, también se incluyen las preparaciones frutales para lácteos y cereales.

35 La concentración final del ingrediente activo (soluble en grasa) y/o el colorante que se agrega mediante las formas del producto de la presente invención a los productos alimenticios puede ser de 0,1 a 500 ppm, particularmente de 1 a 50 ppm en base al peso total de la composición alimenticia y dependiendo del producto alimenticio en particular a ser coloreado o fortalecido y el grado que se pretende de coloración o fortificación.

40 La concentración final del ingrediente activo (soluble en grasa) y/o el colorante, especialmente de  $\beta$ -caroteno, que se agrega mediante las formas del producto de la presente invención a bebidas puede ser de 0,1 a 50 ppm, particularmente de 1 a 30 ppm, más preferiblemente de 3 a 20 ppm, en base al peso total de la bebida y dependiendo de la bebida en particular a ser coloreada o fortalecida y el grado que se pretende de coloración o fortificación.

45 Las composiciones alimenticias de esta invención se obtienen preferiblemente agregando a un producto alimenticio el ingrediente activo (soluble en grasa) y/o el colorante en la forma de una composición de esta invención. Para dar color o fortalecer a un alimento o un producto farmacéutico puede utilizarse una composición de esta invención de acuerdo con métodos conocidos en sí mismos para la aplicación de formas del producto sólidas dispersables en agua.

50 En general la composición puede agregarse ya sea como una solución acuosa concentrada, una mezcla de polvo seco o una pre-mezcla con otros ingredientes alimenticios adecuados de acuerdo con la aplicación específica. La mezcla puede hacerse por ejemplo, utilizando una mezcladora de polvo seco, una mezcladora de bajo corte, un homogeneizador de alta presión o una mezcladora de alto corte dependiendo de la formulación de la aplicación final. Como resultará obvio dichas técnicas se encuentran dentro de las habilidades del experto en la técnica.

55 Composiciones farmacéuticas tales como comprimidos o cápsulas en donde las composiciones se utilizan como un colorante también se encuentran dentro del alcance de la presente invención. La coloración de comprimidos puede lograrse agregando las formas del producto en forma de una composición colorante líquida o sólida por separado a

la mezcla de recubrimiento para comprimidos o agregando una composición colorante a uno de los componentes de la mezcla de recubrimiento para comprimidos. Las cápsulas de color de cubierta dura o blanda pueden prepararse mediante la incorporación de una composición colorante en la solución acuosa de la masa de la cápsula.

5 Composiciones farmacéuticas tales como comprimidos tales como comprimidos masticables, comprimidos efervescentes o comprimidos recubiertos o cápsulas tales como cápsulas de cubierta dura en donde las composiciones se utilizan como un ingrediente activo también se encuentran dentro del alcance de la presente invención. Las formas del producto se agregan típicamente como polvos a la mezcla de comprimidos o se utilizan como rellenos de las cápsulas en una forma conocida en sí misma para la producción de cápsulas.

10 Productos de pienso para animales, tales como premezclas de ingredientes nutricionales, piensos compuestos, sustitutos de leche, dietas líquidas o preparaciones de pienso en donde las composiciones se utilizan como un colorante para pigmentación, por ejemplo, para yemas de huevo, aves de carne, pollos de engorde o animales acuáticos o como un ingrediente activo también se encuentran dentro del alcance de la presente invención.

15 Cosméticos, artículos de tocador y productos dérmicos es decir, productos para el cuidado de la piel y el cabello tal como cremas, lociones, baños, labiales, champúes, acondicionadores, pulverizadores o geles en donde las composiciones se utilizan como un colorante o como un ingrediente activo también se encuentran dentro del alcance de la presente invención.

Los siguientes ejemplos no taxativos ilustran adicionalmente la invención.

**Ejemplos**

Ejemplo 1: Microfiltración de un almidón OSA con una membrana de cerámica con un tamaño de poro de 1,4 µm.

20 Una solución acuosa al 45% en peso de HiCap 100 (comercializado por National Starch) se filtró a través de una membrana de cerámica con un tamaño de poro de 1,4 µm a 50°C. Tal como muestra el resultado analítico, el contenido del agua del permeado permanece más o menos sin cambiar en comparación con el contenido del agua de la solución de partida. Sin embargo, el permeado muestra una turbidez muy inferior.

Ejemplo 2: Microfiltración de un almidón OSA con una membrana de cerámica con un tamaño de poro de 0,2 µm.

25 Una solución acuosa al 35% en peso de HiCap 100 (comercializado por National Starch) se filtró a través de una membrana de cerámica con un tamaño de poro de 0,2 µm a 50°C. En este punto apareció una fuerte separación por peso atómico y estructura molecular. El permeado tenía, entonces, una fracción sólida de solamente 25,9% en peso. Por lo tanto, el agua se retiró del permeado para obtener una concentración final de los sólidos de 42,5% en peso para poder comparar los resultados de los ensayos de emulsificación con el permeado del ejemplo 1.

30 La siguiente tabla 1 muestra el % en peso de la fracción sólida de la solución de partida, el material retenido, el permeado y tal como se utilizó en el ensayo de emulsificación.

Tabla 1

Microfiltración	Fracción sólida [%]			
	Solución	Material retenido	Permeado	Ensayo de emulsificación
Hi-Cap 100				
Sin modificaciones físicas= Hi-Cap 100 no mejorado	44	-	-	47,47
Permeado (tamaño de poro 1,4 µm) (ejemplo 1)	45	44,12	42,49	42,49
Permeado (tamaño de poro 0,2 µm) (ejemplo 2)	35	41,17	25,94	41,82

La Figura 2 muestra la viscosidad de la solución de almidón filtrada (concentración del almidón 43% en peso).

35 Ejemplo 3: Ensayos de emulsificación

Las composiciones de acuerdo con la presente invención se fabricaron de acuerdo con el siguiente procedimiento:

Se disolvió β-caroteno en un disolvente orgánico a 56°C. La solución resultante se agregó a las soluciones acuosas de acuerdo con el ejemplo 1 o 2. Como ejemplo de comparación se utilizó una solución acuosa de HiCap 100. Las cantidades exactas del Hi-Cap 100 (mejorado) y la cantidad de agua en la emulsión (en base al peso total de la emulsión) se proporcionan en la Tabla 2.

40

Tabla 2

ingrediente	Hi-Cap 100 no mejorado (Ejemplo de comparación ) [% en peso]	Hi-Cap 100 filtrado a través de membrana de cerámica de 1,4 µm (Ejemplo 1) [% en peso]	Hi-Cap 100 filtrado a través de membrana de cerámica de 0,2 µm (Ejemplo 2) [% en peso]
Hi-Cap 100	22	21,4	21,2
Agua	30,2	32,2	32,8

5 Luego de la emulsificación, la emulsión libre de disolvente se atomizó en una mezcla de almidón de maíz y hielo seco mediante una boquilla rotativa. El producto resultante luego se tamizó y finalmente se secó con aire comprimido en un lecho fluidizado.

Resultados:

Mediante la utilización de los almidones OSA mejorados de acuerdo con el ejemplo 1 y 2 el proceso de emulsificación en sí mismo fue más estable y menos sensible a las variaciones de las condiciones del proceso que mediante la utilización de almidones OSA no mejorados.

10 Los productos resultantes tenían un residuo de filtro reducido o una mayor intensidad del color tal como se puede ver en la Tabla 3. Las propiedades de la emulsión y el polvo final también fueron más similares entre sí cuando se utilizó HiCap 100 filtrado en lugar de HiCap 100 no filtrado.

15 El residuo de filtración es un valor que determina la calidad de una emulsión que resulta de disolver el producto (la composición) como se fabrica en el ejemplo 3 en agua (tal como se hace por ejemplo, cuando la composición se utiliza para dar color a bebidas) a temperatura ambiente. El residuo de filtración es la cantidad de composición (principalmente ingrediente activo libre tal como β-caroteno) que permanece en el filtro cuando la emulsión se filtra a través de un papel de filtro. Un residuo de filtración por debajo del 2% en peso es un signo de una buena capacidad de emulsión del producto/composición. Un residuo de alta filtración es un signo de que el ingrediente activo no se incorporó lo suficiente dentro de la matriz del almidón OSA hidrocoloide (es decir, (mejorado)).

20 Una mayor intensidad del color significa que se necesita menos composición/polvo para alcanzar el mismo color de alimento, pienso, bebida etc.

Tabla 3: Propiedades de la emulsión y polvo con soluciones de almidón filtradas y no filtradas.

Análisis	tamaño de partícula [nm]	intensidad del color E 1/1	residuo de filtración [% en peso]
Emulsión de Hi-Cap 100 no mejorado (ejemplo de comparación )	418,0	788,6	2,9
Composición (de acuerdo con la Tabla 2) con Hi-Cap 100 no mejorado (ejemplo de comparación )	430,0	716,3	2,9
Emulsión de Hi-Cap 100 mejorado (ejemplo 1)	371,8	606,7	0,6
Composición (de acuerdo con la Tabla 2) con Hi-Cap 100 mejorado (ejemplo 1)	372,2	602,9	0,9
Emulsión de Hi-Cap 100 mejorado (ejemplo 2)	256,2	946,7	0,4
Composición (de acuerdo con la Tabla 2) con Hi-Cap 100 mejorado (ejemplo 2)	255,6	908,5	0,7

25 Ejemplos 4-8: Microfiltración de un almidón OSA con membranas de cerámica y con filtro de metal poroso de diferentes tamaños de poro.

Una solución acuosa al 40% en peso de HiCap 100 (comercializado por National Starch) se filtró a través de una de las siguientes membranas:

- un filtro de metal poroso con un tamaño de poro de 5 µm (ejemplo 4),
- un filtro de metal poroso con un tamaño de poro de 1 µm (ejemplo 5),
- 5 - un filtro de metal poroso con un tamaño de poro de 0,5 µm (ejemplo 6),
- una membrana de cerámica con un tamaño de poro de 1,4 µm (ejemplo 7),
- una membrana de cerámica con un tamaño de poro de 0,8 µm (ejemplo 8).

Los filtros porosos de tubos de acero utilizados son comercializados por LIGACON W.Röll & CO. AG (Suiza).

- 10 Las soluciones filtradas resultantes se secaron por pulverización. Los almidones HI-Cap 100 mejorados secados por pulverización se disolvieron nuevamente y se convirtieron en composiciones de β-caroteno tal como se describe en el ejemplo 3. Los resultados para la emulsión (estado luego del paso V) se muestran en la siguiente tabla 4.

Tabla 4

Ejemplo	Membrana*1	tamaño de partícula [nm]	residuo de filtración (%)
ejemplo de comparación	ninguno	313,3	6,7%
ejemplo 4	5 µm PMF	335,2	6,4%
ejemplo 5	1 µm PMF	326,8	4,6%
ejemplo 6	0,5 µm PMF	334,4	2,6%
ejemplo 7	1,4 µm CM	317,2	1,0%
ejemplo 8	0,8 µm CM	326,5	1,0%

\*1 PMF= filtro de metal poroso, CM= membrana de cerámica

- 15 El ejemplo de comparación es un ensayo de emulsificación (de acuerdo con el ejemplo 3) con Hi-Cap 100 no mejorado.

Ejemplos 9-24: Microfiltración de un almidón OSA con membranas con filtro de metal poroso de diferentes tamaños de poro.

Ejemplos 9 y 10: Ejemplos de comparación

- 20 El ejemplo 9 y el ejemplo 10 son ejemplos de comparación, es decir, se utilizó Hi-Cap 100 no mejorado. Estos productos de almidones OSA no mejorados se fabricaron tal como se describe en el ejemplo 3. Los resultados se divulgan en las Tablas 5 a 8.

Ejemplos 11 a 14: Microfiltración de HiCap 100 con una membrana con filtro de metal poroso de 1 µm

- 25 Una solución acuosa de HiCap 100 (comercializado por National Starch) con la concentración tal como se muestra en la Tabla 5 se filtró a través de un filtro de metal poroso con un tamaño de poro de 1 µm. El permeado se utilizó adicionalmente para la preparación de una composición tal como se describe en el ejemplo 3. Los resultados se divulgan en la Tabla 5.

Ejemplo 15: Microfiltración de HiCap 100 con una membrana con filtro de metal poroso de 1 µm

- 30 Una solución acuosa al 37% en peso de HiCap 100 (comercializado por National Starch) se filtró a través de un filtro de metal poroso con un tamaño de poro de 1 µm. El permeado se utilizó adicionalmente para la preparación de una composición tal como se describe en el ejemplo 3. Como paso adicional el HiCap 100 no filtrado (= original) se agregó a la emulsión antes de llevar a cabo el paso de captura de polvo. Los resultados se divulgan en la Tabla 6.

Ejemplo 16: Microfiltración de HiCap 100 con una membrana con filtro de metal poroso de 5 µm

Una solución acuosa al 39,9% en peso de HiCap 100 (comercializado por National Starch) se filtró a través de un filtro de metal poroso con un tamaño de poro de 5 µm. El permeado se utilizó adicionalmente para la preparación de

una composición tal como se describe en el ejemplo 3. Como paso adicional el HiCap 100 no filtrado (= original) se agregó a la emulsión antes de llevar a cabo el paso de captura de polvo. Los resultados se divulgan en la Tabla 6.

Ejemplo 17: Microfiltración de HiCap 100 con una membrana con filtro de metal poroso de 1 µm/20 µm

- 5 Una solución acuosa al 37% en peso de HiCap 100 (comercializado por National Starch) se filtró a través de un filtro de metal poroso con un tamaño de poro de 1 µm. El material retenido se filtró adicionalmente a través de un filtro de metal poroso con un tamaño de poro de 20 µm y el permeado de este paso de filtración se utilizó para la preparación de una composición tal como se describe en el ejemplo 3. Como paso adicional el HiCap 100 no filtrado (= original) se agregó a la emulsión antes de llevar a cabo el paso de captura de polvo. Los resultados se divulgan en la Tabla 6.

Ejemplo 18: Microfiltración de HiCap 100 con una membrana con filtro de metal poroso de 1 µm

- 10 Una solución acuosa al 40% en peso de HiCap 100 (comercializado por National Starch) se filtró a través de un filtro de metal poroso con un tamaño de poro de 1 µm. El permeado se utilizó adicionalmente para la preparación de una composición tal como se describe en el ejemplo 3. Como paso adicional el material retenido obtenido mediante el paso de filtración se agregó a la emulsión durante la emulsificación. Los resultados se divulgan en la Tabla 7.

Ejemplo 19: Microfiltración de HiCap 100 con una membrana con filtro de metal poroso de 1 µm

- 15 Una solución acuosa al 40% en peso de HiCap 100 (comercializado por National Starch) se filtró a través de un filtro de metal poroso con un tamaño de poro de 1 µm. El permeado se utilizó adicionalmente para la preparación de una composición tal como se describe en el ejemplo 3. Como paso adicional el material retenido obtenido mediante el paso de filtración se agregó a la emulsión antes de llevar a cabo el paso de captura de polvo. Los resultados se divulgan en la Tabla 7.

20 Ejemplo 20: Microfiltración de HiCap 100 con una membrana con filtro de metal poroso de 5 µm

- 25 Una solución acuosa al 39,9% en peso de HiCap 100 (comercializado por National Starch) se filtró a través de un filtro de metal poroso con un tamaño de poro de 5 µm. El permeado se utilizó adicionalmente para la preparación de una composición tal como se describe en el ejemplo 3. Como paso adicional el material retenido obtenido mediante el paso de filtración se agregó a la emulsión antes de llevar a cabo el paso de captura de polvo. Los resultados se divulgan en la Tabla 7.

Ejemplo 21: Microfiltración de HiCap 100 con una membrana con filtro de metal poroso de 1 µm

- 30 Una solución acuosa al 37% en peso de HiCap 100 (comercializado por National Starch) se filtró a través de un filtro de metal poroso con un tamaño de poro de 1 µm. El permeado se utilizó adicionalmente para la preparación de una composición tal como se describe en el ejemplo 3. El material retenido de este paso de filtración se filtró adicionalmente a través de un filtro de metal poroso con un tamaño de poro de 20 µm. El permeado de este paso de filtración de 20 µm se agregó a la emulsión antes de llevar a cabo el paso de captura de polvo. Los resultados se divulgan en la Tabla 7.

Ejemplo 15\*R: Microfiltración de HiCap 100 con una membrana con filtro de metal poroso de 1 µm y uso del material retenido

- 35 Una solución acuosa de HiCap 100 (comercializado por National Starch) se filtró a través de un filtro de metal poroso con un tamaño de poro de 1 µm. El material retenido se utilizó adicionalmente para la preparación de una composición tal como se describe en el ejemplo 3.

Ejemplos 22-24: Microfiltración de HiCap 100 con una membrana con filtro de metal poroso de 1 µm/20 µm

- 40 Una solución acuosa al 37% en peso de HiCap 100 (comercializado por National Starch) se filtró a través de un filtro de metal poroso con un tamaño de poro de 1 µm. El material retenido de este paso de filtración de 1 µm se filtró adicionalmente a través de un filtro de metal poroso con un tamaño de poro de 20 µm. El permeado de este paso de filtración de 20 µm se utilizó adicionalmente para la preparación de una composición tal como se describe en el ejemplo 3. Los resultados se divulgan en la Tabla 8.

Ejemplo 25: Microfiltración mediante el uso de una membrana Hydrosart 0.45

- 45 Una solución acuosa al 30% en peso de HiCap 100 (comercializado por National Starch) se filtró a través de una membrana Hydrosart 0.45 (comercializada por Sartorius).

Ejemplo 26: Separación mediante centrifugación

- 50 Una solución/suspensión acuosa al 20% en peso de Hi-Cap 100 (comercializado por National Starch) se mantuvo durante 2 horas a 60°C con agitación y adicionalmente se mantuvo sin calentar durante 12 horas (temperatura final: 40°C). La suspensión se aclaró utilizando un separador de discos tipo SC 20-06-076 de Westfalia AG (m<sup>2</sup> de paquete separador de discos = 26000) aplicando 7650 rpm, equivalente a 8500 g, un volumen de flujo de 500 l/h y una

contrapresión de 4 bar. La solución aclarada del almidón alimenticio modificado (=almidón alimenticio modificado mejorado I) se secó por pulverización.

Ejemplo 27: Ensayos de emulsificación

De acuerdo con el siguiente procedimiento, se fabricó una composición de acuerdo con la presente invención:

5 A) El Hi-Cap 100 secado por pulverización de acuerdo con el ejemplo 26 se disolvió en agua. La suspensión luego se calentó hasta aproximadamente 40°C y se agitó durante 60 minutos a 1000 rotaciones por minuto utilizando un disco para disolución. La suspensión se mantuvo a aproximadamente 40°C y un pH de aproximadamente 4 durante 10 minutos.

10 B) Se disolvieron β-caroteno, dl-α-tocoferol y aceite de maíz en un disolvente orgánico y se agitaron a 70°C a 500 rotaciones por minuto durante 30 minutos utilizando un disco para disolución.

15 La solución resultante B se agregó a la solución acuosa A con agitación a 5600 rotaciones por minuto y se mantuvo durante 30 minutos a aproximadamente 50°C a 5000 rotaciones por minuto utilizando un disco para disolución. El disolvente orgánico se eliminó durante 60 minutos en un evaporador rotativo a 55°C, 20 rotaciones por minuto y a una presión final de aproximadamente 170 mbar (absoluto). La emulsión espumosa se centrifugó a 50°C durante 10 minutos a 3000 rotaciones por minuto (≈ 1700 g). Posteriormente se pulverizó dentro de un lecho enfriado, fluidizado de almidón de maíz. Adicionalmente se agregó almidón de maíz y las microesferas obtenidas se mantuvieron en el lecho durante 30 minutos hasta que se alcanzó una temperatura de 15°C. Se eliminó el almidón de maíz superfluo y las microesferas se secaron en una corriente de aire durante 2 horas.

20 Como ejemplo de comparación (ejemplo 28) se utilizó una solución acuosa de HiCap 100. Las cantidades promedio de los ingredientes se proporcionan en la Tabla 9.

Tabla 9:

ingrediente	cantidad de ingrediente	cantidad de ingrediente [%]
β-caroteno	20,4 g	11,5
aceite de maíz	9,7 g	5,5
dl-α-tocoferol	2,7 g	1,5
disolvente orgánico (retirado posteriormente)	255 ml	-
Hi-Cap 100 mejorado de acuerdo con el ejemplo 26	100 g	56,5
Almidón de maíz (calculado)	35 g	20
Agua (retirada posteriormente parcialmente )	30,2	5
Total		100

Resultados:

Los resultados se resumen en la Tabla 10.

25 Tabla 10: Propiedades de microesferas con soluciones de almidón sin modificar, aclaradas (mediante separación por disco) y filtradas (mediante separación por disco y diafiltración).

Análisis	Tamaño de partícula promedio [nm]	intensidad del color	residuo de filtración [% en peso]
Composición (de acuerdo con la Tabla 9) con Hi-Cap 100 no mejorado (ejemplo de comparación 27)	307 nm	744 a 477 nm	7,2
Composición (de acuerdo con la Tabla 9) con Hi-Cap	298 nm	715 a 477 nm	2,5

Análisis	Tamaño de partícula promedio [nm]	intensidad del color	residuo de filtración [% en peso]
100 mejorado de acuerdo con el ejemplo 26			

El residuo de filtración es un valor que determina la calidad de una emulsión que resulta de disolver el producto (la composición) como se fabrica en el ejemplo 27 en agua (tal como se hace por ejemplo, cuando la composición se utiliza para dar color a bebidas) a temperatura ambiente. El residuo de filtración es la cantidad de composición (principalmente ingrediente activo libre tal como  $\beta$ -caroteno) que permanece en el filtro cuando la emulsión se filtra a través de un papel de filtro. Un residuo de baja filtración es un signo de buena capacidad de emulsión del producto/composición. Un residuo de alta filtración es un signo de que el ingrediente activo no se incorporó lo suficiente dentro de la matriz del hidrocoloide (es decir, el polisacárido modificado (mejorado)).

Una mayor intensidad del color (forma del producto disperso en agua; medido a  $\lambda(E_{max})$ ; corrección de la referencia a 650 nm (20°C) a 20°C en agua a la longitud de onda ( $\lambda$ ) que muestra la absorción máxima (corrección de la referencia a 650 nm)) significa que se necesita menos composición/polvo para alcanzar el mismo color de alimento, pienso, bebida, etc.

#### Ejemplo 29

Además del ejemplo 26, podría utilizarse cualquier otro almidón, por ejemplo, Capsul HS (comercializado por National Starch) y someterse a aclaración mediante separación por disco y diafiltración opcional (diafiltración es una ultrafiltración donde el permeado se sustituye por H<sub>2</sub>O).

Adicionalmente, mezclas (relaciones de 1:99 hasta 99:1, preferiblemente 50:50) de estos almidones alimenticios modificados mejorados son adecuadas para su uso en composiciones de acuerdo con el ejemplo 27.

Se ha preparado una composición (ejemplo 29) utilizando una mezcla (relación 50:50) de Hi Cap 100 mejorado y Capsul HS mejorado (ambos producidos de forma análoga al ejemplo 26).

Como ejemplo de comparación (ejemplo 30) se utilizó una solución acuosa de una mezcla de HiCap 100 y Capsul HS (relación 50:50). Las cantidades promedio de los ingredientes se proporcionan en detalle en la Tabla 9.

#### Resultados:

Los resultados se resumen en la Tabla 11.

Tabla 11: Propiedades de microesferas con soluciones de almidón sin modificar y aclaradas (mediante separación por disco).

Análisis	tamaño de partícula [nm]	intensidad del color	residuo de filtración [% en peso]
Composición (de acuerdo con la Tabla 9) con una mezcla de Hi-Cap 100 no mejorado y Capsul HS no mejorado relación 50:50 (ejemplo de comparación 30)	312 nm	859 a 477 nm	2,1
Composición (de acuerdo con la Tabla 9) con una mezcla de Hi-Cap 100 mejorado y Capsul HS mejorado relación 50:50 (Ejemplo 29)	340 nm	846 a 477 nm	2,8

#### Ejemplo 31: Separación mediante centrifugación

Una solución/suspensión acuosa al 38% en peso de Hi-Cap 100 (comercializado por National Starch) se mantuvo durante 2 horas a 50°C con agitación y posteriormente se enfrió hasta alcanzar la temperatura ambiente. La suspensión se mantuvo a temperatura ambiente durante varias horas, se calentó hasta alcanzar 65°C y se aclaró utilizando un separador de discos tipo CSA 160-47-076 de Westfalia AG ("Quadratmeter des Tellerpaketes" = 160000 m<sup>2</sup>) aplicando 6,800 rpm ( $\approx$  15000 g), un volumen de flujo de aproximadamente 500 l/h o mayor y una contrapresión de 6-9 bar. La solución aclarada del almidón alimenticio modificado (=almidón alimenticio modificado mejorado) puede utilizarse para la formulación de ingredientes activos, por ejemplo,  $\beta$ -caroteno, de acuerdo con el ejemplo 26.

#### Ejemplo 32: Separación mediante centrifugación

Una solución/suspensión acuosa al 20% en peso de Hi-Cap 100 (comercializado por National Starch) se calentó durante 2 horas a 60°C con agitación y adicionalmente se mantuvo sin calentar durante 12 horas (temperatura final: 40°C). La suspensión se aclaró utilizando un separador de discos tipo SC 35 de Westfalia AG ("Quadratmeter des Tellerpaketes" = 48000 m<sup>2</sup>) aplicando 7250 rpm (≈ 7500 g), un volumen de flujo de ~750 kg/h y una contrapresión de 6-8 bar. La solución aclarada del almidón alimenticio modificado (=almidón alimenticio modificado mejorado) se secó por pulverización.

#### Ejemplo 33: Ensayo de emulsificación

Una composición de acuerdo con la presente invención se fabricó de acuerdo con el siguiente procedimiento:

A) El Hi-Cap 100 secado por pulverización de acuerdo con el ejemplo 32 se disolvió en agua. La suspensión luego se calentó hasta aproximadamente 40°C y se agitó durante 20 min a 1000 rotaciones por minuto utilizando un disco para disolución. La suspensión luego se calentó hasta aproximadamente 50°C y se mantuvo a un pH de ~4 durante 10 minutos.

B) Se disolvieron β-caroteno, dl-α-tocoferol y aceite de maíz en un disolvente orgánico y se agitó a 70°C a 500 rotaciones por minuto durante 30 minutos utilizando un disco para disolución.

La solución resultante B se agregó a la solución acuosa A con agitación a 5600 rotaciones por minuto y se mantuvo durante 30 minutos a aproximadamente 50°C a 5000 rotaciones por minuto utilizando un disco para disolución. El disolvente orgánico se eliminó durante 30 minutos en un evaporador rotativo a 55°C, 20 rotaciones por minuto y a una presión final de aproximadamente 170 mbar (absoluto). La emulsión espumosa se centrifugó a 50°C durante 10 minutos a 3000 rotaciones por minuto (≈ 1700 g). Posteriormente se pulverizó dentro de un lecho enfriado, fluidizado de almidón de maíz. Adicionalmente se agregó almidón de maíz y las microesferas obtenidas se mantuvieron en el lecho durante 30 minutos hasta que se alcanzó una temperatura de 15°C. Se eliminó el almidón de maíz superfluo y las microesferas se secaron en una corriente de aire durante 2 horas.

Como ejemplo de comparación (ejemplo 34) se utilizó una solución acuosa de HiCap 100. Las cantidades exactas de los ingredientes se proporcionan en la Tabla 12.

25

Tabla 12:

Ingrediente	cantidad de ingrediente	cantidad de ingrediente [%]
β-caroteno	20,4 g	11,5
aceite de maíz	9,7 g	5,5
dl-α-tocoferol	2,7 g	1,5
disolvente orgánico	215 ml	-
Hi-Cap 100 mejorado de acuerdo con el ejemplo 32	100 g	56,5
Almidón de maíz	35	20
Agua	30,2	5
Total	-	100

#### Resultados:

Los resultados se resumen en la Tabla 13.

Tabla 13: Propiedades de la emulsión y microesferas con soluciones de almidón sin modificar y ultrafiltradas.

Análisis	tamaño de partícula [nm]	intensidad del color	residuo de filtración [% en peso]
Composición (de acuerdo con la Tabla 12) con Hi-Cap 100	307 nm	744 a 477 nm	7,2

## ES 2 676 284 T3

Análisis	tamaño de partícula [nm]	intensidad del color	residuo de filtración [% en peso]
no mejorado (ejemplo de comparación 34)			
Composición (de acuerdo con la Tabla 12) con Hi-Cap 100 mejorado (ejemplo 33)	323 nm	823 a 477 nm	5,0

5 El residuo de filtración es un valor que determina la calidad de una emulsión que resulta de disolver el producto (la composición) como se fabrica en el ejemplo 33 en agua (tal como se hace por ejemplo, cuando la composición se utiliza para dar color a bebidas) a temperatura ambiente. El residuo de filtración es la cantidad de composición (principalmente ingrediente activo libre tal como  $\beta$ -caroteno) que permanece en el filtro cuando la emulsión se filtra a través de un papel de filtro. Un residuo de baja filtración es un signo de buena capacidad de emulsión del producto/composición. Un residuo de alta filtración es un signo de que el ingrediente activo no se incorporó lo suficiente dentro de la matriz del hidrocoloide (es decir, el polisacárido modificado (mejorado)).

10 Una mayor intensidad del color (forma del producto disperso en agua; medido a  $\lambda(E_{max})$ ; corrección de la referencia a 650 nm (20°C) a 20°C en agua a la longitud de onda ( $\lambda$ ) que muestra la absorción máxima (corrección de la referencia a 650 nm)) significa que se necesita menos composición/polvo para alcanzar el mismo color de alimento, pienso, bebida, etc.

Ejemplo 35: Medición de la turbidez

15 Como medida del grado de purificación (separación de partes insolubles de soluciones acuosas) de almidones OSA centrifugados, son adecuados los valores para turbidez de soluciones definidas. La turbidez de dichas soluciones acuosas se mide espectrofotométricamente a una longitud de onda de 455 nm utilizando un Turbidímetro HACH 2100 AN de acuerdo con el Método de USEPA 180.1 a temperatura ambiente y a presión atmosférica. La turbidez luego se expresa en unidades nefelométricas de turbidez (UNT).

20 Tabla 14 ilustra la turbidez de varios almidones alimenticios modificados (=mejorados) purificados utilizando tecnología de separación por disco en comparación con material no mejorado.

Almidón alimenticio modificado	Parámetro de separación: tipo de separador, fuerza centrífuga, temperatura, contrapresión, tasa de flujo preferida	Materia seca en solución acuosa [% en peso]	Turbidez [UNT]	Turbidez / materia seca ajustada a 10 % en peso [UNT]
Cerestar C*EmCap 12635 antes de la separación (1)	-	30	-	245
Cerestar C*EmCap 12635 después de la separación (2)	Westfalia SC 20 7500 rpm, ~30°C, 4 bar, 500 l/h	30	-	101
Capsul HS antes de la separación (1)	-	30	-	230
Capsul HS mejorado después de la separación (2)	Westfalia SC 20 7500 rpm, ~30°C, 4 bar, 500 l/h	30	-	40
Hi Cap 100 antes de la separación (1)	-	20	1020	495
Hi Cap 100 mejorado después de la separación (2)				

## ES 2 676 284 T3

Almidón alimenticio modificado	Parámetro de separación: tipo de separador, fuerza centrífuga, temperatura, contrapresión, tasa de flujo preferida	Materia seca en solución acuosa [% en peso]	Turbidez [UNT]	Turbidez / materia seca ajustada a 10 % en peso [UNT]
Hi Cap 100 antes de la separación (1)	Westfalia SC 20 7500 rpm, ~40°C, 4 bar, 500 l/h	20	132	88
Hi Cap 100 mejorado después de la separación (2)	-	35	1373	555
Hi Cap 100 Código de prueba UT 06060007 antes de la separación (1)	Westfalia CSA 160-47-076, 6800 rpm, 70°C, 6-9 bar, 600 kg/h	35	92	54
Hi Cap 100 mejorado después de la separación (2)	-	20	-	617
	Westfalia SC 35, 7500 rpm, ~75°C, 750 kg/h 8,5 bar	20	-	100

(1) = ejemplo de comparación; (2) = ejemplo de acuerdo con la invención

Los valores reducidos de turbidez indican la mejora de las materias primas (es decir, "antes de la separación") utilizadas con respecto a la separación de partes no solubles.

Ejemplo 36: Medición de E1/1

- 5 Una cantidad adecuada de formulación se dispersa, disuelve y/o diluye en/con agua mediante el uso de ultrasonido en un baño de agua de 50 a 55°C. La "solución" resultante se diluye hasta alcanzar una concentración final del ingrediente activo soluble en grasa de 10 ppm y su espectro UV/VIS se mide con agua como referencia. A partir del espectro de UV/VIS resultante se determina la absorbancia a la longitud de onda específica del máximo u hombro, A<sub>max</sub>. Adicionalmente, se determina la absorbancia a 650 nm, A<sub>650</sub>. La intensidad del color de E1/1 es la
- 10 absorbancia de una solución al 1% y un espesor de 1 cm y se calcula como se describe a continuación: E1/1 = (A<sub>max</sub>-A<sub>650</sub>)\*factor de dilución/ (peso de la muestra \* contenido de la forma del producto en %).

**REIVINDICACIONES**

1. Proceso para la fabricación de un polisacárido modificado mejorado que comprende los siguientes pasos:
- 5 a) preparar una solución o suspensión acuosa de un polisacárido modificado que tiene un contenido de masa seca en el rango de 0,5 a 80% en peso, en base al peso total de la solución o suspensión acuosa, con lo cual la temperatura del agua se encuentra preferiblemente en el rango de 1 a < 100°C;
- b) separar partes del polisacárido modificado en agua a una temperatura en el rango de 1 a < 100°C,
- c) opcionalmente convertir el polisacárido modificado mejorado obtenido de esta manera en una forma sólida;
- 10 mientras que el paso b) se realiza mediante sedimentación/centrifugación y microfiltración y el contenido de masa seca de la solución o suspensión acuosa del polisacárido modificado en el paso a) se ubica en el rango de 0,5 a 80% en peso, y
- en donde el polisacárido modificado es un almidón OSA.
2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en donde en el paso a) el agua tiene una temperatura en el rango de 30 a 75°C.
3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en donde en el paso b) se lleva a cabo primero la sedimentación/centrifugación y a continuación la filtración.
- 15 4. El proceso de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 1 a 3, en donde la temperatura a la que se lleva a cabo el paso b) se ubica en el rango de 1 a < 100°C, preferiblemente en el rango de 30 a 70°C.
5. Una composición que comprende
- 20 i) al menos un polisacárido modificado mejorado, obtenido de acuerdo con el proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4;
- ii) al menos un ingrediente activo soluble en grasa y/o un colorante, y
- iii) opcionalmente al menos un adyuvante y/o un excipiente.
6. La composición de acuerdo con la reivindicación 5, en donde el polisacárido modificado mejorado es un polisacárido modificado cuya solución acuosa al 10% presenta una turbidez en el rango de 1 a 200 UNT, preferiblemente en el rango de 1 a 150 UNT, más preferiblemente en el rango de 1 a 110 UNT, más preferiblemente en el rango de 1 a 100 UNT.
- 25 7. La composición de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 6, en donde el ingrediente activo soluble en grasa y/o colorante ii) es un caroteno o un compuesto de polieno relacionado estructuralmente, una vitamina soluble en grasa, un triglicérido rico en ácidos grasos poliinsaturados, un filtro UV-A soluble en aceite, un filtro UV-B o una mezcla de los mismos.
- 30 8. La composición como se describe en la reivindicación 7, en donde el caroteno o compuesto de polieno relacionado estructuralmente es un carotenoide, en particular β-caroteno.
9. La composición como se describe en la reivindicación 7, en donde la vitamina soluble en grasa es Vitamina A o E.
10. La composición como se describe en cualquiera de las reivindicaciones 5 a 9, en donde un co-emulgador seleccionado del grupo que consiste en mono y diglicéridos de ácidos grasos, ésteres de poliglicerol de ácidos grasos, lecitinas, y monostearato de sorbitán está adicionalmente presente.
- 35 11. Un proceso para la fabricación de una composición como se reivindica en cualquiera de las reivindicaciones 5 a 10 que comprende los siguientes pasos:
- 40 I) preparar una solución acuosa o solución coloidal de un polisacárido modificado a una temperatura en el rango de 1 a < 100°C,
- II) separar partes de la solución acuosa o solución coloidal obtenida en el paso I) para obtener una solución acuosa de un polisacárido modificado mejorado,
- III) opcionalmente agregar al menos un excipiente y/o adyuvante soluble en agua a la solución preparada en el paso I) o II),
- 45 IV) preparar una solución o dispersión de al menos un ingrediente activo, preferiblemente de al menos un ingrediente activo soluble en grasa, y/o colorante y opcionalmente al menos un adyuvante y/o excipiente soluble en grasa,
- V) mezclar las soluciones preparadas en el paso II) a IV) entre sí,

VI) homogeneizar la mezcla resultante,

VII) opcionalmente convertir la dispersión obtenida en el paso VI) en un polvo, con lo cual opcionalmente las partes separadas en el paso II) (o paso b)) se agregan parcialmente o totalmente durante la conversión o antes de la misma, opcionalmente con adición de agua, y

5 VIII) opcionalmente secar el polvo obtenido en el paso VII),

en donde el polisacárido modificado es un almidón OSA.

10 12. El proceso de acuerdo con la reivindicación 11, en donde los pasos I) y II) se llevan a cabo como se describe a continuación: la solución o suspensión acuosa del polisacárido modificado se calienta hasta una temperatura de  $> 30$  a  $< 100^{\circ}\text{C}$  (paso I), luego se enfría hasta una temperatura por debajo de  $30^{\circ}\text{C}$ , y se sedimenta, microfiltra y/o ultrafiltra a esta temperatura inferior (paso II).

13. El uso de una composición como se reivindica en cualquiera de las reivindicaciones 5 a 10 para el enriquecimiento, la fortificación y/o la coloración de alimentos, bebidas, pienso para animales, cosméticos o composiciones farmacéuticas.

15 14. Alimentos, bebidas, pienso para animales, cosméticos y composiciones farmacéuticas que contienen una composición como se reivindica en cualquiera de las reivindicaciones 5 a 10.

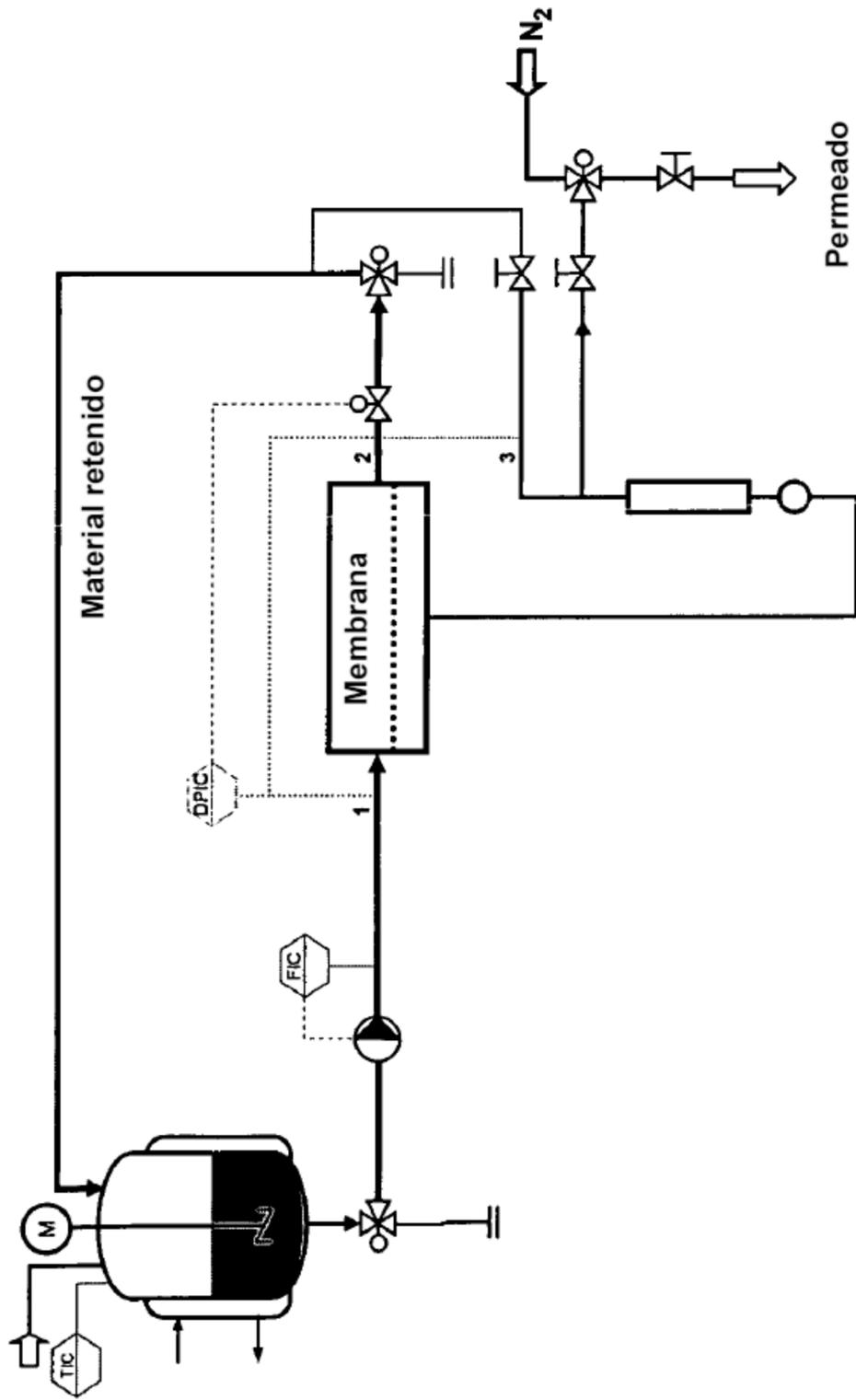


Fig. 1

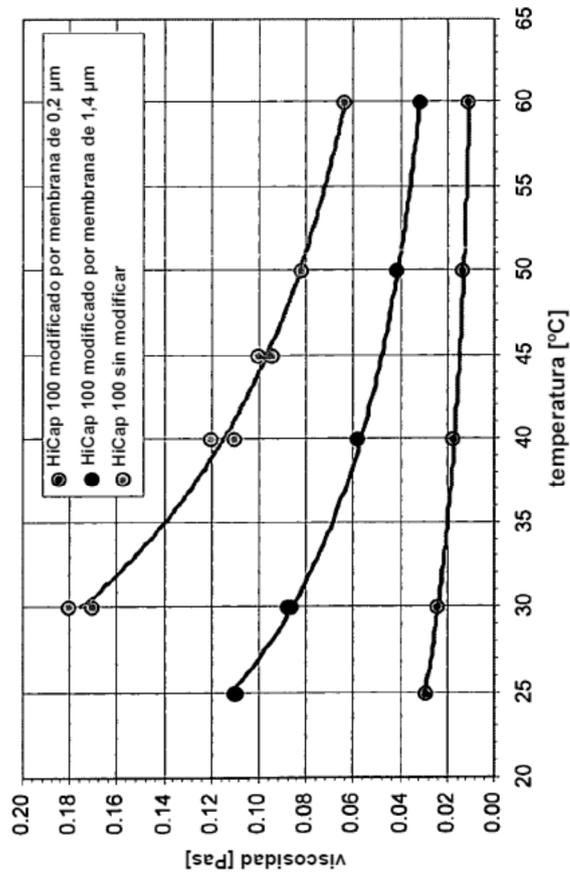


Fig. 2 (curva superior: HiCap 100 sin modificar; curva intermedia: HiCap 100 filtrado a través de una membrana de 1,4 µm; curva inferior: HiCap 100 filtrado a través de una membrana de 0,2 µm)

Tabla 5

Ejemplo 9	Ejemplo 10	Ejemplo 11	Ejemplo 12	Ejemplo 13	Ejemplo 14
ninguna	ninguna	1 $\mu$ m PMF			
39,2%	39,2%	37,0%	41,2%	41,2%	41,2%
60,8%	60,8%	63,0%	58,8%	58,8%	58,8%
12,6%	13,3%	10,4%	12,3%	13,7%	13,5%
296,1nm	281,7nm	316,9nm	333,8nm	339,1nm	332,7nm
981,3	946,4	1089,8	948,2	885,2	929,1
3,8%	2,1%	2,3%	1,1%	0,9%	1,0%
4,4%	5,5%	5,3%	4,7%	4,7%	4,9%

Tabla 6

	Ejemplo 9	Ejemplo 10	Ejemplo 15	Ejemplo/16	Ejemplo 17
Membrana*1	ninguna	ninguna	1 µm PMF	5 µm PMF	1 µm PMF
<b>Composición de la matriz</b>					
HiCap 100	39,2%	39,2%	37,0%	39,9%	37,0%
Agua	60,8%	60,8%	63,0%	60,1%	63,0%
Contenido UV (%)	12,6%	13,3%	7,9%	11,4%	8,2%
tamaño de partícula (nm)	296,1 nm	281,7nm	331,3nm	313,2nm	333,9nm
intensidad del color E1/1 (-)	981,3	946,4	1083,9	956,5	1029,3
<b>residuo de filtración (%)</b>	<b>3,8%</b>	<b>2,1%</b>	<b>0,8%</b>	<b>1,1%</b>	<b>0,7%</b>
humedad residual (%)	4,4%	5,5%	5,2%	3,8%	5,0%

\*1 PMF= filtro de metal poroso

Tabla 7

	Ejemplo 9	Ejemplo 10	Ejemplo 18	Ejemplo 19	Ejemplo 20	Ejemplo 21
Membrana*1	ninguna	ninguna	1 µm PMF	1 µm PMF	5 µm PMF	1 µm PMF
<b>Composición de la matriz</b>						
HiCap 100	39,2%	39,2%	40,0%	40,0%	39,9%	37,0%
Agua	60,8%	60,8%	60,0%	60,0%	60,1%	63,0%
Contenido UV (%)	12,6%	13,3%	6,7%	7,2%	11,7%	5,1%
tamaño de partícula (nm)	296,1 nm	281,7 nm	417,5 nm	362,4 nm	309,2 nm	328,4 nm
intensidad del color E1/1 (-)	981,3	946,4	915,3	1008,4	979,2	1076,5
<b>residuo de filtración (%)</b>	<b>3,8%</b>	<b>2,1%</b>	<b>12,2%</b>	<b>2,1%</b>	<b>1,0%</b>	<b>1,2%</b>
humedad residual (%)	4,4%	5,5%	6,2%	5,6%	5,3%	5,9%

\*1 PMF= filtro de metal poroso

Tabla 8

	Ejemplo 9	Ejemplo 10	Ejemplo 22	Ejemplo 23	Ejemplo 24
Membrana*1	ninguna	ninguna	1 µm/20 µm PMF	1 µm/20 µm PMF	1 µm/20 µm PMF
<b>Composición de la matriz</b>					
HiCap 100	39,2%	39,2%	37,0%	37,0%	37,0%
Agua	60,8%	60,8%	63,0%	63,0%	63,0%
Contenido UV (%)	12,6%	13,3%	11,0%	13,6%	10,9%
tamaño de partícula (nm)	296,1nm	281,7nm	318,2nm	316,0nm	340,4nm
intensidad del color E 1/1 (-)	981,3	946,4	1003,3	1039,4	1009,7
<b>residuo de filtración (%)</b>	<b>3,8%</b>	<b>2,1%</b>	<b>1,5%</b>	<b>0,7%</b>	<b>1,0%</b>
humedad residual (%)	4,4%	5,5%	5,6%	4,6%	4,5%

\*1 PMF= filtro de metal poroso