



# OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11) Número de publicación: 2 685 368

51 Int. Cl.:

A23D 7/005 (2006.01) **A23L 27/00** (2006.01) A23D 7/04 (2006.01) **A23L 5/44** (2006.01) A61K 8/31 (2006.01) **A23L 33/15** (2006.01) A61Q 19/00 (2006.01) A23K 20/147 (2006.01) A23K 40/20 (2006.01) **A23K 20/174** (2006.01) A23K 20/158 (2006.01) A23K 20/179 (2006.01) A23K 20/163 (2006.01) **A23K 40/25** 

A23K 20/10 (2006.01) A23P 30/20 (2006.01) A23L 29/212 (2006.01)

(12)

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- (86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: 27.02.2013 PCT/EP2013/053843
- (87) Fecha y número de publicación internacional: 06.09.2013 WO13127807
- 96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 27.02.2013 E 13706024 (0)
- (97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 11.07.2018 EP 2819523
  - 54 Título: Proceso de extrusión
  - (30) Prioridad:

28.02.2012 EP 12157279

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: **08.10.2018** 

(73) Titular/es:

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

(72) Inventor/es:

ELEMANS, PETRUS HENRICUS MARIA; MEESEN, ADRIAN WILLEM; TELEKI, ALEXANDRA y LEUENBERGER, BRUNO

(74) Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge** 

## **DESCRIPCIÓN**

### Proceso de extrusión

- 5 La presente invención se refiere a un proceso para la producción de formulaciones extruidas (= productos extruidos) que comprenden gotitas de dispersión, a dichas formulaciones, así como al uso de dichas formulaciones en aplicaciones de alimentos, piensos, cuidado personal.
- Más precisamente, la presente invención se refiere a un proceso para la producción de formulaciones extruidas que comprenden gotitas de dispersión, en el que la dispersión comprende al menos un carotenoide, al menos un coloide protector emulsionante y agua, y en el que el proceso se realiza sin un disolvente orgánico. Los términos "emulsión" y "dispersión" en el contexto de la presente invención son sinónimos. Una dispersión en el contexto de la presente invención comprende (al menos) uno (o más) carotenoides y uno (o más) coloides protectores emulsionantes y aqua.
- Hay muchas formas de formular carotenoides. Los tipos de formulaciones dependen, por ejemplo, del uso de estas formulaciones en la aplicación final, así como del tipo de material (ingredientes) que se usan. Sin embargo, las formulaciones más importantes y exigentes son las denominadas dispersiones secas. El carotenoide se emulsiona en una fase acuosa que contiene un material de matriz y/o un coloide protector emulsionante adecuado. Después del secado, el carotenoide se incluye en el material de matriz. Es posible que el carotenoide esté (parcialmente) cristalizado en el producto extruido.
- Las tecnologías conocidas para la dispersión son, por ejemplo, sistemas de estator-rotor, homogeneizadores de alta presión o dispositivos ultrasónicos. Una desventaja importante de estas tecnologías es que se requiere una viscosidad relativamente baja (por lo general por debajo de 1 Pas), lo que conduce a grandes cantidades de agua en la dispersión. Por lo general, estos procesos requieren el uso de un disolvente orgánico que debe retirarse después de la dispersión o precipitación. Los procesos de extrusión (y extrusoras) son bien conocidos en el campo de las formulaciones. Pueden usarse para diferentes tipos de materiales, tales como termoplásticos y cauchos, así como para alimentos y piensos.
- Las principales ventajas de usar la tecnología de extrusión es que pueden formularse soluciones de alta viscosidad y puede usarse menos agua para la dispersión, lo que después requiere menos secado. Además, un proceso de 30 extrusión puede ejecutarse como un proceso continuo y se ejecuta sin disolventes orgánicos. Puede encontrarse en la técnica anterior que las emulsiones que comprenden vitaminas liposolubles se extruyen. El documento US 2004/0201116 desvela gránulos que se obtienen mediante una combinación de producción de emulsiones usando dispositivos tales como homogeneizadores de alta presión con posterior granulación o extrusión directa como segunda etapa de proceso. El documento WO2010040683 desvela un proceso para fabricar emulsiones de gotitas 35 de carotenoides dispersas en una fase acuosa que comprende un coloide protector. El carotenoide se dispersa en un disolvente orgánico lipídico antes de la formación de la emulsión. El objetivo de la presente invención era encontrar una forma para la producción de productos extruidos que comprendieras gotitas de dispersión, que comprendieran carotenoide o carotenoides sin el uso de disolvente orgánico. Los carotenoides son claramente diferentes de las vitaminas lipófilas y los sabores lipófilos. Estas vitaminas lipófilas son líquidas o pueden convertirse 40 en líquidas fácilmente usando temperaturas razonables muy por debajo de los 100 °C. Los carotenoides son lipófilos, no pueden fundirse a aproximadamente 100 °C y se descomponen a temperaturas más altas. Son representantes clásicos de los denominados principios activos lipófilos escasamente solubles.
  - Se descubrió una nueva forma para la producción de dichos productos extruidos. Sorprendentemente, se descubrió que cuando el proceso de dispersión se realiza dentro de la extrusora, se mejoran tanto el proceso como los productos extrudidos obtenidos. Cuando el proceso de dispersión se realiza en la extrusora (aparato de extrusión), esto da como resultado productos extruidos, en los que
    - (i) pueden obtenerse tamaños de gotitas de dispersión promedio muy pequeños, y
    - (ii) se obtiene una distribución muy estrecha y monomodal de los tamaños de gotita, y
    - (iii) un proceso de este tipo puede ejecutarse fácilmente como un proceso continuo, y
    - (iv) no se usa disolvente orgánico y

45

50

65

- (v) puede usarse menos agua y, por tanto, se necesita menos energía para secar el producto extruido.
- Por tanto, la presente invención se refiere a un proceso de producción de un producto extruido, en el que dicho producto extruido comprende gotitas de dispersión, en el que estas gotitas de dispersión comprenden al menos un carotenoide y un 30-80 % en peso de al menos un coloide protector emulsionante y agua, caracterizado porque el proceso emulsionante se realiza en la extrusora y sin disolventes orgánicos. El término "carotenoide" como se usa en el presente documento comprende un caroteno natural o sintético o un compuesto de polieno estructuralmente relacionado que puede usarse como un ingrediente saludable funcional o colorante para alimentos, tal como α ο β-caroteno, 8'-apo-β-carotenal, ésteres del ácido 8'-apo-β-carotenoico tales como el éster etílico, cantaxantina, astaxantina, licopeno, luteína, zeaxantina o crocetina, o mezclas de los mismos. Los carotenoides preferidos son β-caroteno, licopeno y luteína, y mezclas de los mismos, especialmente β-caroteno.
  - Por tanto, una realización preferida de la presente invención es un proceso como se ha descrito anteriormente, en el que el uno o más carotenoides se eligen entre el grupo que consiste en  $\alpha$ -caroteno,  $\beta$ -caroteno,  $\delta$ -carotenoides se eligen entre el grupo que consiste en  $\alpha$ -caroteno,  $\delta$ -caroteno,  $\delta$ -carotenoides se eligen entre el grupo que consiste en  $\delta$ -caroteno,  $\delta$ -carotenoides se eligen entre el grupo que consiste en  $\delta$ -caroteno,  $\delta$ -carotenoides se eligen entre el grupo que consiste en  $\delta$ -caroteno,  $\delta$ -carotenoides se eligen entre el grupo que consiste en  $\delta$ -caroteno,  $\delta$ -carotenoides se eligen entre el grupo que consiste en  $\delta$ -caroteno,  $\delta$ -caroteno,  $\delta$ -carotenoides se eligen entre el grupo que consiste en  $\delta$ -caroteno,  $\delta$ -caroteno,  $\delta$ -caroteno,  $\delta$ -carotenoides se eligen entre el grupo que consiste en  $\delta$ -caroteno,  $\delta$ -caroteno,  $\delta$ -caroteno,  $\delta$ -carotenoides se eligen entre el grupo que consiste en  $\delta$ -caroteno,  $\delta$ -c

En un proceso especialmente preferido, el carotenoide es β-caroteno. Se usa un 30 % en peso-80 % en peso de al menos un coloide protector emulsionante en el proceso de acuerdo con la presente invención. El término coloide protector emulsionante incluye todos los coloides protectores que tienen propiedades emulsionantes. Puede usarse cualquier coloide protector emulsionante habitualmente conocido y utilizado. El coloide protector emulsionante puede elegirse dependiendo del uso final del producto extruido posteriormente. Esto significa que, si el producto extruido obtenido mediante el proceso de acuerdo con la presente invención se usa en productos alimentarios o piensos, el coloide protector emulsionante debe ser de calidad alimentaria o para piensos.

Son coloides protectores emulsionantes adecuados los almidones modificados (alimentarios), palmitato de ascorbilo, pectina, alginato, carragenano, furcelerán, derivados de dextrina, celulosas y derivados de celulosa (por ejemplo, acetato de celulosa, metil celulosa, hidroxipropil metil celulosa), lignosulfonato, gomas polisacarídicas (tales como goma de acacia (= goma arábiga), goma de xantano, goma de linaza, goma ghatti, goma de tamarindo y arabinogalactano), gelatina (bovina, de pescado, cerdo, aves de corral), proteínas vegetales (tales como, por ejemplo, guisantes, soja, ricino, algodón, patatas, boniatos, mandioca, colza, girasol, sésamo, linaza, cártamo, lentejas, nueces, trigo, arroz, maíz, cebada, centeno, avena, altramuz y sorgo), proteínas animales incluyendo leche o proteínas de suero, lecitina, éster de poliglicerol de ácidos grasos, monoglicéridos de ácidos grasos, éster de sorbitano, éster de PG y éster de azúcar (así como derivados de los mismos).

Los almidones pueden modificarse física y químicamente. Los almidones pregelatinizados son ejemplos de 20 almidones modificados físicamente. Los ésteres de almidón modificados de forma ácida, oxidados, reticulados ácidos, los éteres de almidón y los almidones catiónicos son ejemplos de almidones químicamente modificados. Por tanto, una realización preferida se refiere a un proceso en el que al menos un coloide protector emulsionante se elige entre el grupo que consiste en almidones (alimentarios) modificados, palmitato de ascorbilo, pectina, alginato, carragenano, furcelerán, derivados de dextrina, celulosas y derivados de celulosa (por ejemplo, acetato de celulosa, 25 metil celulosa, hidroxipropil metil celulosa), lignosulfonato, gomas polisacarídicas (tales como goma de acacia (= goma arábiga), goma de xantano, goma de linaza, goma ghatti, goma de tamarindo y arabinogalactano), gelatina (bovina, de pescado, cerdo, aves de corral), proteínas vegetales (tales como, por ejemplo, guisantes, soja, ricino, algodón, patatas, boniato, mandioca, colza, girasol, sésamo, linaza, cártamo, lentejas, nueces, trigo, arroz, maíz, cebada, centeno, avena, altramuz y sorgo), proteínas animales incluyendo leche o proteínas de suero de leche, 30 lecitina, éster de poliglicerol de ácidos grasos, monoglicéridos de ácidos grasos, diglicéridos de ácidos grasos, éster de sorbitano, éster de PG y éster de azúcar (así como sus derivados).

También se usa agua en el proceso de acuerdo con la presente invención.

- También es posible añadir ingredientes adicionales (agentes adyuvantes) durante el proceso de formulación (extrusión). Dichos agentes adyuvantes pueden ser útiles para el proceso de extrusión y/o para el producto extruido y/o para el producto (o aplicación), en los que el producto extruido se usa posteriormente.

  Son dichos agentes adyuvantes, por ejemplo, antioxidantes (tales como ácido ascórbico o sales del mismo,
- tocoferoles (sintéticos o naturales), hidroxitolueno butilado (BHT), hidroxianisol butilado (BHA), galato de propilo, terc-butil hidroxiquinolina y/o ésteres de ácido ascórbico de un ácido graso); etoxiquina, plastificantes, estabilizantes, humectantes (tales como glicerina, sorbitol, polietilenglicol), coloides protectores sin propiedades emulsionantes, agentes gelificantes (tales como quitosano), colorantes, fragancias, cargas (tales como maltodextrina) y tampones. Estos agentes adyuvantes se añaden opcionalmente. Cuando se añade, la cantidad de agentes adyuvantes va del 0,1 al 50 % en peso (% en peso), basado en el peso total del producto extruido.
- 45 Los productos extruidos obtenidos mediante el proceso de acuerdo con la presente invención comprenden:
  - el 0.5~% en peso-50~% en peso, basado en el peso total del producto extruido, de al menos un carotenoide y el 30~% en peso-80~% en peso, basado en el peso total del producto extruido, de al menos un coloide protector emulsionante, y
- el 1 % en peso-90 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de agua y opcionalmente el 0,1 % en peso-50 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de al menos un agente adyuvante.

Todos los porcentajes siempre suman 100.

- Todas las preferencias enumeradas anteriormente para los carotenoides, los coloides protectores emulsionantes y los agentes adyuvantes también se aplican a la composición del producto extruido.

  Preferentemente se usa el 1 % en peso-45 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de al menos un carotenoide. Más preferentemente se usa el 1 % en peso-30 % en peso, especialmente preferido el 1 % en peso-20 % en peso, mucho más preferido el 1 % en peso-15 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de al menos un carotenoide.
  - Preferentemente se usa el 50 % en peso-80 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de al menos un coloide protector emulsionante.
- Preferentemente, se usa el 1 % en peso-80 % en peso, más preferentemente el 1 % en peso-60 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de agua. Como ya se ha mencionado anteriormente, también es posible usar una cantidad baja de agua. Por tanto, puede usarse el 5 % en peso-30 % en peso, basado en el peso total del

# ES 2 685 368 T3

producto extruido, de agua. Dicha cantidad baja de agua no puede usarse cuando se produce un producto extruido mediante la adición de la dispersión en la extrusora.

Para los almidones alimentarios modificados, el contenido de agua es preferentemente del 10 % en peso-30 % en peso, basado en el peso total del producto extruido.

5 Una de las ventajas de la presente invención es que la distribución de tamaños de los tamaños de gotita promedio de la dispersión dentro del producto extruido es estrecha y monomodal. Esto significa que el carotenoide se distribuye casi homogéneamente dentro del producto extruido, lo que permite posteriormente dosificaciones muy precisas.

También es posible (pero no esencial) que la dispersión pueda filtrarse antes del proceso de extrusión.

10

25

30

35

Además, el proceso de acuerdo con la presente invención permite producir gotitas de tamaño muy pequeño dentro del producto extruido. El tamaño de gotita promedio puede ser tan pequeño como de 50 nm. Por lo general, las gotitas son más pequeñas de 1 μm.

Preferentemente, la gotita promedio (d<sub>3,2</sub>) está entre 50 nm y 1000 nm.
Los tamaños de gotita se miden mediante el uso de métodos habitualmente conocidos y normalizados. Son métodos adecuados la dispersión de la luz o la difracción de láser. Los valores proporcionados de los tamaños de gotita son siempre (d<sub>3,2</sub>).

20 Más preferentemente, la gotita promedio (d<sub>3,2</sub>) está entre 50 nm y 500 nm, especialmente preferido 100-300 nm.

El proceso de extrusión se caracteriza porque la dispersión se realiza dentro de la extrusora. Por lo general, los tres ingredientes principales (carotenoide y coloide protector emulsionante y agua) se añaden a diferentes entradas del proceso de la extrusora. Estas entradas están dispuestas separadas entre sí. Cuando se añaden (opcionalmente) agentes adyuvantes, pueden añadirse junto con uno o más de los ingredientes principales o también pueden añadirse en una etapa separada.

Por lo general, el coloide protector emulsionante se añade en primer lugar, después se añade el agua y, después, el carotenoide. También es posible que se añada un ingrediente a través de más de una entrada de la extrusora en diferentes ubicaciones. Por tanto, una realización adicional de la presente invención se refiere a un proceso, en el que se añade en primer lugar el coloide protector emulsionante (o una mezcla de coloides protectores emulsionantes), después el agua y después el carotenoide (o una mezcla de carotenoides).

Una realización preferida de la presente invención se refiere a un proceso en el que el carotenoide es β-caroteno. En este caso, el β-caroteno se añade ya sea

- (i) como un líquido (fundido) a la extrusora, o
- (ii) como un polvo sólido (opcionalmente premezclado con al menos un almidón modificado (alimentario) y en el que el polvo puede añadirse al proceso a la entrada de la extrusora o en cualquier etapa).

40

50

65

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. El tiempo de residencia total para los ingredientes en la extrusora es generalmente de entre 1 y 400 s.

45 La cantidad de cizalla del proceso de extrusión de acuerdo con la presente invención es por lo general de 100 a 200000 unidades.

Además, también es posible bombear gas inerte a través de la extrusora. El gas inerte por lo general se bombea a la entrada de la extrusora. Pero también podría bombearse en cualquier etapa del proceso de extrusión (también a través de varias entradas en diferentes ubicaciones). El gas inerte puede ser útil para proteger ingredientes sensibles.

La extrusora comprende por lo general uno o más ejes de tornillo en los que se montan diversos elementos de tornillo de tipo transportador o de amasado.

- El material es transportado por estos elementos a través de la extrusora (opcionalmente a presión y temperatura elevada). En el extremo (salida) de la extrusora puede haber un troquel a través del cual se presiona el material extruido. Posteriormente, el material extruido se seca y se corta (o también viceversa). La extrusora puede tener varias entradas a través de las cuales puede añadirse el material.
- 60 En el caso de la presente invención, hay varias entradas para añadir el o los coloides protectores emulsionantes, el o los carotenoides, agua y opcionalmente los agentes adyuvantes.

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

Por tanto, una realización adicional de la presente invención se refiere a productos extruidos que comprenden gotitas de dispersión, en los que estas gotitas de dispersión comprenden al menos un carotenoide y el 30 % en peso-80 % en peso de al menos un coloide protector emulsionante y agua, y opcionalmente al menos un agente adyuvante, y en los que el proceso de producción de dichos productos extruidos se realiza sin un disolvente orgánico. Una realización preferida de la presente invención se refiere a productos extruidos que comprenden gotitas de dispersión, en los que estas gotitas de dispersión comprenden al menos un carotenoide y el 30 % en peso-80 % en peso de al menos un coloide protector emulsionante y agua, y opcionalmente al menos un agente adyuvante, y en los que el proceso de producción de dichos productos extruidos se realiza sin un disolvente orgánico, caracterizados porque el tamaño de partícula promedio de las gotitas de dispersión es inferior a 1000 nm (preferentemente el tamaño de partícula promedio de las gotitas de dispersión está entre 50 nm y 500 nm, más preferentemente entre 100 nm-300 nm).

El tamaño de partícula promedio de las gotitas de dispersión se mide mediante difracción de láser con una unidad de dispersión de muestra Malvern Mastersizer 2000 e Hydro 2000 S. El tamaño de partícula promedio de las gotitas de dispersión también puede determinarse mediante dispersión de luz dinámica, por ejemplo, con un Malvern Zetasizer Nano

Es posible que en el producto extruido parte del carotenoide se cristalice (precipite), debido a la solubilidad de los carotenoides en aceite.

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

20 el 0,5 % en peso-50 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de al menos un carotenoide, y el 30 % en peso-80 % en peso basado en el peso total del producto extruido, de al menos un coloide protector emulsionante, y

el 1 % en peso-80 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de agua y opcionalmente el 0,1 % en peso-50 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de al menos un agente adyuvante, y en los que el proceso de producción de dichos productos extruidos se realiza sin un disolvente orgánico, caracterizados porque el tamaño de partícula promedio de las gotitas de dispersión es inferior a 1000 nm (preferentemente el tamaño de partícula promedio de las gotitas de dispersión están entre 50 nm y 500 nm, más preferentemente entre 100 nm y 300 nm).

30 Más preferidos son los productos extruidos que comprenden

10

15

25

35

40

60

65

el 1 % en peso-30 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de al menos un carotenoide elegido entre el grupo que consiste en α-caroteno, β-caroteno, 8'-apo-β-carotenal, ésteres del ácido 8'-apo-β-carotenoico tales como el éster etílico, cantaxantina, astaxantina, licopeno, luteína, zeaxantina y crocetina (el más preferido es el β-caroteno), y el 30 % en peso-80 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de al menos un coloide protector emulsionante, en los que el coloide protector emulsionante se elige entre el grupo que consiste en almidones modificados (alimentarios), palmitato de ascorbilo, pectina, alginato, carragenano, furcelerán, derivados de dextrina, celulosas y derivados de celulosa (por ejemplo, acetato de celulosa, metil celulosa, hidroxipropil metil celulosa), lignosulfonato, gomas polisacarídicas (tales como goma arábiga, goma de xantano, goma de linaza, goma ghatti, goma de tamarindo y arabinogalactano), gelatina (bovina, de pescado, cerdo, aves de corral), proteínas vegetales (tales como, por ejemplo, guisantes, soja, ricino, algodón, patata, boniato, mandioca, colza, girasol, sésamo, linaza, cártamo, lentejas, nueces, trigo, arroz, maíz, cebada, centeno, avena, altramuz y sorgo), proteínas animales incluyendo leche o proteínas de suero de leche, lecitina, éster de poliglicerol de ácidos grasos, monoglicéridos de ácidos grasos, diglicéridos de ácidos grasos, éster de sorbitano, éster de PG y éster de azúcar (así como sus derivados), y

el 1 % en peso-60 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de agua y opcionalmente el 0,1 % en peso-50 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de al menos un agente adyuvante, en los que el agente adyuvante se elige entre el grupo que consiste en antioxidantes (tales como ácido ascórbico o sales del mismo, tocoferol (sintético o natural); hidroxitolueno butilado (BHT); hidroxianisol butilado (BHA); galato de propilo; terc-butil hidroxiquinolina y/o ésteres del ácido ascórbico de un ácido graso); etoxiquina, plastificantes, estabilizantes, humectantes (tales como glicerina, sorbitol, polietilenglicol), coloides protectores sin propiedades emulsionantes, agentes gelificantes (tales como quitosano), tintes, fragancias, cargas (tales como maltodextrina) y tampones, y en los que el proceso de producción de dichos productos extruidos se realiza sin un disolvente orgánico, caracterizados porque el tamaño de partícula promedio de las gotitas de dispersión es inferior a 1000 nm (preferentemente el tamaño de partícula promedio de las gotitas de dispersión está entre 50 nm y 500 nm, más preferentemente entre 100 nm-300 nm).

También son más preferidos los productos extruidos que comprenden

el 1 % en peso-20 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de al menos un carotenoide elegido entre el grupo que consiste en α-caroteno, β-caroteno, 8'-apo-β-carotenal, ésteres del ácido 8'-apo-β-carotenoico tales como el éster etílico, cantaxantina, astaxantina, licopeno, luteína, zeaxantina y crocetina (el más preferido es el β-caroteno), y el 30 % en peso-80 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de al menos un coloide protector emulsionante, en los que el coloide protector emulsionante se selecciona entre el grupo que consiste en almidones modificados (alimentarios), palmitato de ascorbilo, pectina, alginato, carragenano, furcelerán, derivados de dextrina, celulosas y derivados de celulosa (por ejemplo, acetato de celulosa, metil celulosa, hidroxipropil metil celulosa), lignosulfonato, gomas polisacarídicas (tales como goma arábiga, goma de xantano, goma de linaza, goma ghatti, goma de tamarindo y arabinogalactano), gelatina (bovina, de pescado, cerdo, aves de corral), proteínas vegetales (tales como, por ejemplo: guisantes, soja, ricino, algodón, patata, boniato, mandioca, colza, girasol,

sésamo, linaza, cártamo, lentejas, nueces, trigo, arroz, maíz, cebada, centeno, avena, altramuz y sorgo), proteínas animales incluyendo leche o proteínas de suero de leche, lecitina, éster de poliglicerol de ácidos grasos, monoglicéridos de ácidos grasos, diglicéridos de ácidos grasos, éster de sorbitano, éster de PG y éster de azúcar (así como sus derivados), y

- el 5 % en peso-30 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de agua y opcionalmente el 0,1 % en peso-50 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de al menos un agente adyuvante, en los que el agente adyuvante se elige entre el grupo que consiste en antioxidantes (tales como ácido ascórbico o sales del mismo, tocoferol (sintético o natural); hidroxitolueno butilado (BHT); hidroxianisol butilado (BHA); galato de propilo; terc-butil hidroxiquinolina y/o ésteres del ácido ascórbico de un ácido graso); etoxiquina, plastificantes, estabilizantes, humectantes (tales como glicerina, sorbitol, polietilenglicol), coloides protectores, colorantes, fragancias, cargas (tales como maltodextrina), protectores y tampones, y en los que el proceso de producción de dichos productos extruidos se realiza sin un disolvente orgánico, caracterizados porque el tamaño de partícula promedio de las gotitas de dispersión es inferior a 500 nm (preferentemente el tamaño de partícula promedio de las gotitas de dispersión está entre 50 nm y 300 nm).
- Son especialmente preferidos los productos extruidos que comprenden el 1 % en peso-20 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de β-caroteno, y el 50 % en peso-80 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de almidones modificados (alimentarios), y el 10 % en peso-30 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de agua, y opcionalmente
- el 0,1 % en peso-50 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de al menos un agente adyuvante, en los que el agente adyuvante se elige entre el grupo que consiste en antioxidantes (tales como ácido ascórbico o sales del mismo, tocoferol (sintético o natural), hidroxitolueno butilado (BHT), hidroxianisol butilado (BHA), galato de propilo; terc-butil hidroxiquinolina y/o ésteres del ácido ascórbico de un ácido graso); etoxiquina, plastificantes, estabilizantes, humectantes (tales como glicerina, sorbitol, polietilenglicol), coloides protectores, colorantes, fragancias, cargas y tampones, y en los que el proceso de producción de dichos productos extruidos se realiza sin un disolvente orgánico, caracterizados porque el tamaño de partícula promedio de las gotitas de dispersión es inferior a 500 nm (preferentemente el tamaño de partícula promedio de las gotitas de dispersión está entre 50 nm y
- 300 nm).

  Los productos extruidos que se obtienen mediante el proceso como se ha descrito anteriormente pueden usarse en muchos campos de aplicaciones. Preferentemente, los productos extruidos como se han desvelado y descrito anteriormente se usan en productos alimentarios, piensos y productos para el cuidado personal.
  - Por tanto, una realización adicional de la presente invención se refiere al uso de los productos extruidos como se han desvelado y descrito anteriormente en productos alimentarios, piensos y/o productos para el cuidado personal. Se debe mencionar que los complementos dietéticos son parte de la definición de los presentes inventores de productos alimentarios.
  - Una realización adicional de la presente invención se refiere a productos alimentarios, piensos o productos para el cuidado personal que comprenden al menos uno de los productos extruidos como se han desvelado y descrito anteriormente.
- 40 Los siguientes ejemplos sirven para ilustrar la invención. Todos los porcentajes y partes (si no se indica lo contrario) se relacionan con el peso. La temperatura se proporciona (si no se indica lo contrario) en grados Celsius.

#### **Ejemplos**

35

50

45 <u>Ejemplo 1</u>: Dispersión de β-caroteno en almidón alimentario modificado

La dispersión de extrusión de β-caroteno en 10,5 g de almidón alimentario modificado se realizó en una extrusora cónica de dos tornillos (discontinua) (micro-formador de compuestos DSM Xplore 15 ml). Se mezclaron 10,5 g de almidón modificado alimentario (HICAP 100, National Starch) con 0,75 g de β-caroteno (DSM Nutritional Products) y 3,75 g de agua desmineralizada. La extrusora se hizo funcionar a una velocidad de tornillo de 120 rpm y una temperatura del barril de 200 °C. La tolva de alimentación y la extrusora se purgaron con nitrógeno. La mezcla se colocó en la tolva de alimentación y se dejó pasar una vez a través de la extrusora.

El material extruido obtenido era parcialmente soluble en agua, dando como resultado una solución turbia y de color anaranjado estable durante 12 horas. Esta solución se filtró ya sea con un papel de filtro plegado (calidad 597 ½: 5-7 μm) o una unidad de filtro accionada por jeringuilla (0,22 μm). La filtración con los poros más grandes dio como resultado una solución turbia de color amarillo claro, mientras que la solución del filtro fino era transparente. El tamaño de gotita hidrodinámico en estas soluciones se midió mediante dispersión de luz dinámica (Malvern Zetasizer). El tamaño de gotita promedio (Promedio Z) en la solución transparente fue de 184 nm, mientras que la solución turbia también contenía algunas gotitas/partículas más grandes que dieron como resultado un Promedio Z de 625 nm.

#### REIVINDICACIONES

- 1. Proceso de producción de un producto extruido, en el que dicho producto extruido comprende gotitas de dispersión y en el que estas gotitas de dispersión comprenden al menos un carotenoide y al menos un coloide protector emulsionante y agua, caracterizado porque el proceso de dispersión se realiza en la extrusora y en el que el proceso se realiza sin un disolvente orgánico.
- 2. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el carotenoide se elige entre el grupo que consiste en α-caroteno, β-caroteno, 8'-apo-β-carotenal, ésteres del ácido 8'-apo-β-carotenoico tales como como el éster etílico, cantaxantina, astaxantina, licopeno, luteína, zeaxantina y crocetina.
  - 3. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el carotenoide es β-caroteno.
- Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el coloide protector emulsionante se elige entre el grupo que consiste en almidones modificados (alimentarios), palmitato de ascorbilo, pectina, alginato, carragenano, furcelerán, derivados de dextrina, celulosas y derivados de celulosa (por ejemplo acetato de celulosa, metil celulosa, hidroxipropil metil celulosa), lignosulfonato, gomas polisacarídicas (tales como goma arábiga, goma de xantano, goma de linaza, goma ghatti, goma de tamarindo y arabinogalactano), gelatina (bovina, de pescado, cerdo, aves de corral), proteínas vegetales (tales como, por ejemplo, guisantes, soja, ricino, algodón, patatas, boniatos, mandioca, colza, girasol, sésamo, linaza, cártamo, lentejas, nueces, trigo, arroz, maíz, cebada, centeno, avena, altramuz y sorgo), proteínas animales incluyendo leche o proteínas de suero, lecitina, éster de poliglicerol de ácidos grasos, monoglicéridos de ácidos grasos, diglicéridos de ácidos grasos, éster de sorbitano, éster de PG y éster de azúcar (así como sus derivados).
- 5. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el coloide protector emulsionante (o una mezcla de coloides protectores emulsionantes) se añade en primer lugar, después el agua y después posteriormente el carotenoide.
- 6. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 4, en el que el carotenoide es β-30 caroteno y en el que el β-caroteno se añade al proceso al inicio y en forma líquida (fundido).
  - 7. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 4, en el que el carotenoide es  $\beta$ -caroteno y en el que el  $\beta$ -caroteno se añade al proceso como un polvo puro o en una mezcla con al menos un almidón modificado (alimentario) ya sea al inicio del proceso o en cualquier etapa posterior.
  - 8. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la temperatura dentro de la extrusora está entre 20 °C y 220 °C.
- 9. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el tiempo de residencia total para los ingredientes está entre 1 y 400 s.
  - 10. Productos extruidos como se obtienen a partir de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, que comprenden gotitas de dispersión, en los que estas gotitas de dispersión comprenden al menos un carotenoide, y el 30 % en peso-80 % en peso, preferentemente el 50 % en peso-80 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de al menos un coloide protector emulsionante, y

agua, y opcionalmente al menos un agente adyuvante.

5

10

35

45

55

- 11. Productos extruidos de acuerdo con la reivindicación 10, en los que el tamaño de partícula promedio de las gotitas de dispersión es inferior a 1000 nm (preferentemente el tamaño de partícula promedio de las gotitas de dispersión está entre 50 nm y 500 nm, más preferentemente entre 100 nm-300 nm).
  - 12. Productos extruidos de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 11 que comprenden el 1 % en peso-30 % en peso, preferentemente el 1 % en peso-20 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de al menos uno basado en el total peso del producto extruido, de al menos un carotenoide elegido entre el grupo que consiste en α-caroteno, β-caroteno, 8'-apo-β-carotenal, ésteres del ácido 8'-apo-β-carotenoico tales como el éster etílico, cantaxantina, astaxantina, licopeno, luteína, zeaxantina y crocetina (se prefiere el β-caroteno).
- 13. Productos extruidos de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12 que comprenden el 30 % en peso-80 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de al menos un coloide protector emulsionante, en los que el coloide protector emulsionante se elige entre el grupo que consiste en almidones modificados (alimentarios), palmitato de ascorbilo, pectina, alginato, carragenano, furcelerán, derivados de dextrina, celulosas y derivados de celulosa (por ejemplo, acetato de celulosa, metil celulosa, hidroxipropil metil celulosa), lignosulfonato, gomas polisacarídicas (tales como goma arábiga, goma de xantano, goma de linaza, goma ghatti, goma de tamarindo y arabinogalactano), gelatina (bovina, de pescado, cerdo, aves de corral), proteínas vegetales (tales como, por ejemplo, guisantes, soja, ricino, algodón, patatas, boniatos, mandioca, colza, girasoles, sésamo, linaza,

# ES 2 685 368 T3

cártamo, lentejas, nueces, trigo, arroz, maíz, cebada, centeno, avena, altramuz y sorgo), proteínas animales incluyendo leche o proteínas de suero de leche, lecitina, éster de poliglicerol de ácidos grasos, monoglicéridos de grasa y ácidos, diglicéridos de ácidos grasos, éster de sorbitano, éster de PG y éster de azúcar (así como derivados de los mismos).

5

14. Productos extruidos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 10 a 13 que comprenden el 1 % en peso-60 % en peso, preferentemente el 5 % en peso-30 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de

10

15. Productos extruidos de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 13 que comprenden el 0,1 % en peso-50 % en peso, basado en el peso total del producto extruido, de al menos un adyuvante elegido entre el grupo que consiste en antioxidantes (tales como ácido ascórbico o sales del mismo, tocoferol (sintético o natural), hidroxitolueno butilado (BHT), hidroxianisol butilado (BHA), galato de propilo, terc-butil hidroxiquinolina, etoxiquina y/o ésteres del ácido ascórbico de un ácido graso, plastificantes, estabilizantes, humectantes (tales como glicerina, 15 sorbitol, polietilenglicol) coloides protectores sin propiedades emulsionantes, agentes gelificantes (tales como quitosano), colorantes, fragancias, cargas (tales como maltodextrina) y tampones.

16. Uso de un producto extruido de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 15 en un alimento, pienso, producto de cuidado personal.

20

17. Un alimento, pienso, producto para el cuidado personal que comprende al menos un producto extruido de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 15.