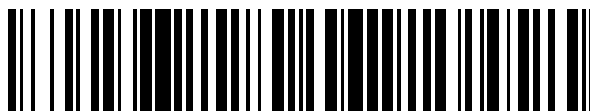


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 747 438**

51 Int. Cl.:

A23L 5/44 (2006.01)

A23L 2/58 (2006.01)

A23L 5/40 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.04.2016 PCT/EP2016/059232**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.11.2016 WO16174004**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.04.2016 E 16721737 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.06.2019 EP 3288397**

54 Título: **Composición colorante dispersable en agua**

30 Prioridad:

28.04.2015 EP 15165332

09.02.2016 EP 16154833

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
10.03.2020

73 Titular/es:

CHR. HANSEN NATURAL COLORS A/S (100.0%)
10-12 Bøge Alle
2970 Hørsholm, DK

72 Inventor/es:

KOEHLER, KLAUS y
NAUD, JULIETTE

74 Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

ES 2 747 438 T3

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

DESCRIPCIÓN

Composición colorante dispersable en agua

Campo de invención

5 La presente invención se refiere al campo de agentes colorantes que comprenden pigmentos naturales de carotenoide en forma de partículas sólidas que se dispersan en una fase acuosa que comprende polisorbato como emulsionante soluble en agua, al uso de los agentes colorantes, a los productos comestibles que comprenden los agentes colorantes y a un método para preparar los agentes colorantes.

Antecedentes de la invención

10 Los agentes colorantes que contienen sustancias colorantes naturales o sintéticas se usan comúnmente como aditivos en la fabricación de productos alimenticios y productos farmacéuticos. Una amplia gama de tales agentes colorantes está comercialmente disponible, lo que hace posible que el fabricante, cuando se desea un tono de color particular, seleccione un único agente colorante que tiene el color deseado o una mezcla de agentes colorantes, que en una combinación apropiada otorgan el color deseado al producto. O alternativamente, el fabricante puede desear utilizar un agente que, además de su efecto colorante, tiene un efecto de mejora de la salud y por tanto seleccionar tal único agente de mejora de la salud o una mezcla de tales agentes.

15 Los agentes colorantes comercialmente disponibles pueden contener sustancias sintéticas que incluyen sustancias que también se denominan normalmente tintes o tintes azoicos, o tales agentes puede contener pigmentos u otras sustancias colorantes de origen natural, por ejemplo en forma de material vegetal que contiene una sustancia colorante, o como sustancias colorantes más o menos purificadas separadas de materiales vegetales, animales o microbianos que contienen de manera natural tales sustancias.

20 De manera ocasional, se proporcionan agentes colorantes de calidad alimentaria o farmacéuticamente aceptables que contienen sustancias colorantes en forma de compuestos sintéticos o artificiales que tienen sustancialmente la misma composición química que los agentes colorantes que se producen de manera natural. Estos tipos de agentes colorantes también se denominan en la técnica como colorantes "idénticos a los naturales". En el presente contexto, las expresiones "agentes colorantes que se producen de manera natural" y "pigmentos naturales" también incluyen colores "idénticos a los naturales".

Los pigmentos naturales o pigmentos idénticos a los naturales pueden ser solubles en agua o insolubles en agua. La presente invención se refiere a pigmentos insolubles en agua.

30 Cualquiera de los anteriores tipos de agentes colorantes disponibles que incluyen agentes que comprenden sustancias colorantes naturales de calidad alimentaria o farmacéuticamente aceptables puede ser solubles en agua, moderadamente solubles en agua y medios acuosos o esencialmente insolubles en agua. Un material o sustancia colorante soluble en agua como tal requiere que el producto que va a colorearse tenga una fase acuosa en la que la sustancia colorante sea soluble.

35 Sin embargo, puede ser deseable obtener el tono de color de una sustancia colorante particular que es insoluble o moderadamente soluble en una fase acuosa o una mezcla de tales sustancias en un producto alimenticio o un producto farmacéutico que no comprende una fase en la que la sustancia colorante es suficientemente soluble para proporcionar el colorante deseado. Por tanto, existe una necesidad industrial continua de agentes colorantes que contengan sustancias colorantes que sean insolubles en agua o moderadamente insolubles en agua, que estén en forma de composiciones miscibles en agua o dispersables en agua que tengan una alta eficacia colorante.

40 Los carotenoides que tienen colores amarillo, naranja o rojo se producen ampliamente en la naturaleza y las fuentes importantes son plantas que incluyen gramíneas, achiote, especies cítricas, *Capsicum annum*, flores de *Crocus sativus* y flores de caléndula, algas marinas, levadura y algunos animales. Los carotenoides pueden dividirse en las siguientes clases: hidrocarburos carotenoides, xantófilas y apocarotenoides. Los ejemplos típicos de carotenoides incluyen bixina, β -caroteno, apocarotenales, cantaxantina, azafrán, crocina, capsantina y capsorrubina que se producen en oleoresina de pimentón, luteína, astaxantina, rubixantina, violaxantina, rodoxantina, licopeno y derivados de los mismos.

45 Generalmente, se entiende que los carotenoides son esencialmente insolubles en agua o moderadamente solubles en agua.

50 Los ejemplos de realización de la solicitud US2011/177202A1 describen composiciones colorantes que comprenden oleoresina de pimentón (pigmento natural de carotenoide) y los emulsionantes, polisorbato y "éster de ácido cítrico de mono y diglicéridos de ácidos grasos comestibles (E472c)". Tal como se conoce en la técnica y también como se explica en el párrafo [0020] de la solicitud estadounidense, la oleoresina de pimentón es un extracto soluble en aceite de pimentón que contiene carotenoides tales como capsantina, capsorrubina y β -caroteno, por consiguiente, la oleoresina de pimentón es un aceite con carotenoides disueltos.

- 5 Por consiguiente, las composiciones colorantes producidas en los ejemplos de realización del documento US2011/177202A1 pueden describirse como composiciones colorantes de emulsión de aceite en agua (o/w) basadas en aceite con carotenoides disueltos (oleorresina de pimentón), es decir, gotas de aceite líquido (que comprenden carotenoides disueltos) dispersas en agua. Según el párrafo [0045], la oleorresina de pimentón se mezcla con agentes emulsionantes y se agita hasta que se disuelven completamente para conseguir una fase de aceite homogénea, y se añade una disolución acuosa a la fase de aceite para conseguir la emulsión de aceite en agua (o/w), que se homogeneiza para conseguir gotas de aceite líquido más pequeñas (que comprenden carotenoides disueltos) dispersas en agua. Tal como entiende el experto habitual en la técnica en el presente contexto, se entiende que tales “gotas de aceite líquido” no son “partículas sólidas”.
- 10 Tal como se conoce en el estado de la técnica, el término “emulsión” se usa cuando ambas fases, dispersa y continua, son líquidas, es decir, como por ejemplo las composiciones de emulsión de aceite en agua (o/w) de oleorresina de pimentón comentadas anteriormente. Se entiende que una dispersión de sólido en agua, en la que las partículas sólidas (por ejemplo, partículas de beta-caroteno sólidas) se dispersan en la fase acuosa de la dispersión de sólido en agua, no es una emulsión.
- 15 Por consiguiente, una oleorresina de pimentón basada en una emulsión de aceite en agua (o/w) tal como se describe en los ejemplos de realización del documento US2011/177202A1 no es una composición dispersable en agua que comprende una dispersión de al menos el 2% (p/p) de carotenoides como el pigmento natural en forma de partículas sólidas tal como se comenta en el presente documento.
- 20 En los ejemplos de realización del documento US2011/177202A1 se usó al menos 5 veces más polisorbato que oleorresina de pimentón, es decir, la razón (p/p) de emulsionante de polisorbato:pigmento de carotenoide fue de al menos 5:1. En línea con esto, se explica en el párrafo [0033] que se prefiere usar al menos 5 veces más polisorbato que pigmento colorante. Para el uso comercial relevante en el presente documento, esto puede verse como una cantidad demasiado alta de polisorbato usado, una razón para esto se refiere a que el polisorbato se dice que tiene un sabor desagradable no deseado (véase, por ejemplo, el documento WO2013/167644A1).
- 25 En el párrafo [0047] del documento US2011/177202A1 se lee: “si sólo se usa polisorbato 60 como agente emulsionante, la disolución que consiste en la composición y el medio de limonada se vuelven no homogéneos de manera macroscópica”, por consiguiente, el uso de polisorbato como tal no funciona de manera apropiada al bajo pH del medio de limonada.
- 30 Los ejemplos de realización de la solicitud WO2014/033703A1 describen dispersiones de sólido en agua que comprenden partículas sólidas de pigmento de β -caroteno dispersas en una fase acuosa que comprende diferentes emulsionantes de no polisorbato, el término “polisorbato” no se menciona en absoluto en la solicitud WO. Los ejemplos de realización relevantes usan éster de azúcar como emulsionante y tal éster de azúcar puede considerarse relativamente lábil al ácido y, por tanto, no muy estable a valores de pH bajos.
- 35 El documento CN102652732A da a conocer la preparación de emulsiones solubles en agua a nanoescala, con un tamaño de partícula de 100-600 nm, mediante la homogenización de carotenoides en un medio acuoso que también comprende emulsionantes tales como Tween (polisorbato) o éster de poliglicerol de ácido graso, y un hidrocoloide. El compuesto activo (por ejemplo, un carotenoide) se disuelve en un disolvente/emulsionante orgánico (véase, por ejemplo, el ejemplo 3) y el pigmento no está, por tanto, en forma de partículas sólidas.
- 40 El documento US2013/337024A1 describe composiciones colorantes de emulsión de aceite en agua (o/w) basadas en aceite con carotenoides disueltos (por ejemplo, licopeno, véase el párrafo [0250]), es decir, gotas de aceite líquido (que comprenden carotenoides disueltos) dispersas en agua.
- 45 Dado que los productos comestibles, debido a las preferencias de sabor del consumidor, vida útil extendida, etc., a menudo tienen un pH bajo, se desea altamente la provisión de nuevos agentes colorantes de calidad alimentaria que sean estables a pH bajo. Especialmente, se desean composiciones/productos colorantes dispersables en agua basados en pigmentos naturales de carotenoide insolubles en agua, que no precipiten a un pH por debajo de 4, por ejemplo, para usarse para la coloración de una bebida no alcohólica.

Sumario de la invención

- 50 El problema que va a resolverse mediante la presente invención se refiere a la provisión de una novedosa composición colorante dispersable en agua de carotenoide (por ejemplo, bixina o beta-caroteno) con una concentración relativamente alta de pigmento de carotenoide insoluble en agua y que no precipita a un pH por debajo de 4 y, por tanto, puede usarse, por ejemplo, para la coloración de una bebida no alcohólica.

- 55 La disolución se basa en que los presentes inventores identificaron que el polisorbato es un emulsionante útil particular para producir un producto de dispersión de sólido en agua de pigmento de carotenoide concentrado (es decir, con alto poder colorante), en el que las partículas sólidas de pigmento de carotenoide se dispersan de manera estable como partículas sólidas pequeñas (por ejemplo, tamaño de menos de 1 μm) en la fase acuosa y que no precipitan a un pH por debajo de 4 y, por tanto, pueden usarse, por ejemplo, para la coloración de una bebida no alcohólica.

Los ejemplos de realización 1 a 5 en el presente documento demostraron que mediante el uso de polisorbato como emulsionante, fue posible producir composiciones de dispersión de sólido en agua de pigmento de beta-caroteno y bixina concentradas (concentración de al menos el 10% (p/p)) que, por ejemplo, tuvieron las siguientes características positivas:

5 (i): estables después del almacenamiento durante 3 meses; ya que los ejemplos demostraron que el pequeño tamaño de partícula promedio (menos de 0,5 μm) de las partículas sólidas de pigmento se mantuvo de manera estable durante el almacenamiento de 3 meses;

(ii): no precipitan a un pH por debajo de 4; ya que se obtuvo un tamaño de partícula promedio bajo y estable a pH 3,0-3,5.

10 Tal como se conoce en el estado de la técnica, existe una estrecha relación entre un bajo tamaño de partícula promedio y un alto poder colorante (por ejemplo, alto brillo de color (croma)). Por consiguiente, el hecho de que se obtuviera un tamaño de partícula promedio bajo y estable en los ejemplos demostró que se obtuvo un poder colorante alto y estable a pH 3,0-3,5.

15 Los ejemplos de realización en el presente documento muestran que es posible obtener buenos productos colorantes de carotenoide incluso con el uso de cantidades relativamente pequeñas de polisorbato como emulsionante, por ejemplo, en el ejemplo de realización 1, sólo se usó la mitad de la cantidad (p/p) de polisorbato en relación a la cantidad de beta-caroteno, es decir, la razón (p/p) de emulsionante de polisorbato:pigmento de carotenoide es 1:2. En el ejemplo de realización 3 de beta-caroteno en el presente documento, la razón (p/p) de emulsionante de polisorbato:pigmento de carotenoide es 1:1 (es decir, la misma cantidad (p/p) de polisorbato y beta-caroteno). En el documento WO2014/033703A1 (tal como se comentó anteriormente) se usaron significativamente más emulsionante de no polisorbato y, por tanto, las dispersiones de sólido en agua obtenidas tuvieron una concentración de colorante relativamente inferior.

25 Una ventaja de la composición dispersable en agua de carotenoide tal como se describe en el presente documento es que comprende una concentración de pigmento relativamente alta (tal como, por ejemplo, al menos el 5% (p/p)), lo que da lugar a un producto más concentrado. Las ventajas de un producto más concentrado son un tiempo de proceso de producción más corto por kg de pigmento y menos gastos relacionados con, por ejemplo, el transporte.

30 La baja concentración de emulsionante soluble en agua de polisorbato necesaria en la composición colorante de la presente invención para lograr la estabilidad del ácido así como el alto poder tintóreo aseguran que pueden mantenerse los costes de producción al mínimo, y los inventores han encontrado que no es detectable un sabor desagradable del emulsionante soluble en agua en el producto colorante comestible terminado (por ejemplo, una bebida no alcohólica).

35 Tal como se muestra en los ejemplos comparativos de realización en el presente documento, el polisorbato no funcionó de manera apropiada para pigmentos colorantes tales como curcumina, carbo y clorofilina. Sin limitarse a la teoría, fue una sorpresa para los presentes inventores que el polisorbato funcione tan bien para bixina y β -caroteno en vista de que no funciona de manera apropiada para otros pigmentos insolubles en agua hidrófobos relevantes comerciales tales como curcumina, carbo y clorofilina.

40 Tal como puede verse en el ejemplo comparativo B en el presente documento, por ejemplo los "ésteres de ácido cítrico de ácidos grasos de mono/diglicéridos" no funciona de manera satisfactoria para beta-caroteno, es decir, puede decirse que el polisorbato funciona sorprendentemente mejor. El polisorbato y los "ésteres de ácido cítrico de ácidos grasos de mono/diglicéridos" tienen ambos un valor de equilibrio hidrófilo-lipófilo (HLB) relativamente alto (es decir, se considera que ambos son emulsionantes solubles en agua), sin embargo, aunque los "ésteres de ácido cítrico de ácidos grasos de mono/diglicéridos" tienen un valor de HLB relativamente alto, no funcionan de manera apropiada en el presente contexto.

45 Una ventaja del polisorbato en comparación con, por ejemplo, emulsionantes tales como el poliglicerol y el quillay es que el polisorbato es más barato que, por ejemplo, el poliglicerol y el quillay. Además, en algunos países (por ejemplo, Europa y EE.UU.) existen algunas restricciones legales de regulación alimentaria relacionadas con, por ejemplo, el poliglicerol y la quillay, al contrario del polisorbato que se permite generalmente su uso para productos alimenticios en la mayoría de los países (por ejemplo, Europa y EE.UU.).

50 Tal como se comentó anteriormente, los ejemplos de realización en el presente documento demuestran que el polisorbato funciona muy bien para bixina y β -caroteno.

Sin limitarse a la teoría, en el presente contexto, no existe una razón a primera vista para creer que el polisorbato no debe trabajar bien también para otros pigmentos de carotenoide hidrófobos similares tales como apocarotenales, cantaxantina, azafrán, crocina, capsantina, capsorrubina, luteína, astaxantina, rubixantina, violaxantina, rodoxantina o licopeno.

55 Por consiguiente, un primer aspecto de la presente invención se refiere a una composición dispersable en agua que comprende una dispersión de al menos el 2% (p/p) de pigmento hidrófobo natural de carotenoide en forma de

partículas sólidas de un tamaño promedio de como máximo 10 μm , estando dispersas dichas partículas sólidas en una fase acuosa que comprende polisorbato como emulsionante soluble en agua y

en la que la razón (p/p) de emulsionante de polisorbato:pigmento de carotenoide está en el intervalo de 1:10 a 4:1; y

5 en la que el pigmento hidrófobo natural de carotenoide es al menos un pigmento seleccionado del grupo que consiste en: bixina, β -caroteno, α -caroteno, apocarotenales, cantaxantina, azafrán, crocina, capsantina, capsorrubina, luteína, astaxantina, rubixantina, violaxantina, rodoxantina y licopeno.

Un segundo aspecto de la invención se refiere al uso de una composición dispersable en agua según el primer aspecto y las realizaciones relevantes de la misma en el presente documento para la fabricación de un producto comestible o un producto farmacéutico.

10 Un tercer aspecto de la invención se refiere a un producto comestible o un producto farmacéutico que comprende una composición según el primer aspecto y las realizaciones relevantes de la misma en el presente documento.

15 Un cuarto aspecto de la invención se refiere a un método para preparar una composición de pigmento dispersable en agua del primer aspecto y las realizaciones relevantes de la misma en el presente documento, comprendiendo el método preparar una dispersión de al menos el 2% (p/p) de pigmento hidrófobo natural de carotenoide en forma de partículas sólidas triturando el pigmento en una fase acuosa que comprende polisorbato como emulsionante soluble en agua, para obtener una dispersión que comprende el pigmento en forma de partículas sólidas de un tamaño promedio de como máximo 10 μm .

Descripción detallada de la invención

20 Los inventores de la presente invención han encontrado que una composición dispersable en agua del primer aspecto y las realizaciones relevantes de la misma en el presente documento proporcionan un agente colorante con un poder tintóreo muy alto y una estabilidad del ácido en comparación con los agentes colorantes convencionales actualmente en el mercado.

La composición dispersable en agua según la invención comprende al menos un pigmento natural de carotenoide.

25 Tal como se comentó anteriormente, de manera ocasional, se proporcionan agentes colorantes de calidad alimentaria o farmacéuticamente aceptables que contienen sustancias colorantes en forma de compuestos sintéticos o artificiales que tienen sustancialmente la misma composición química que los agentes colorantes que se producen de manera natural. Estos tipos de agentes colorantes también se denominan en la técnica como colorantes "idénticos a los naturales". En el presente contexto, las expresiones "agentes colorantes que se producen de manera natural" y "pigmentos naturales" también incluyen colorantes "idénticos a los naturales". Tal como se conoce en la

30 técnica, el β -caroteno es un ejemplo de un pigmento que puede obtenerse directamente de una fuente natural y/o ser un denominado colorante idéntico a los naturales.

35 El pigmento natural puede ser cualquier materia colorante de calidad alimentaria o farmacéuticamente aceptable derivada de una fuente natural. Por tanto, el pigmento o bien puede estar en un forma sustancialmente pura o bien puede estar contenido en el material en el que se produce de manera natural tal como un material vegetal o animal, opcionalmente en combinación con un portador de calidad alimentaria y/o farmacéuticamente aceptable.

Es esencial que los pigmentos usados en la composición actual sean pigmentos sólidos insolubles en agua.

Los pigmentos hidrófobos no son solubles en agua a ningún valor de pH.

40 Los carotenoides que tienen colores amarillo, naranja o rojo se producen ampliamente en la naturaleza y son fuentes importantes de plantas que incluyen gramíneas, achiote, especies cítricas, *Capsicum annum*, flores de *Crocus sativus* y flores de caléndula, algas marinas, levadura y algunos animales.

Los carotenoides pueden dividirse en las siguientes clases: hidrocarburos carotenoides, xantófilas y apocarotenoides.

45 Tal como se comentó anteriormente en relación al primer aspecto, el pigmento hidrófobo natural de carotenoide es al menos un pigmento seleccionado del grupo que consiste en: bixina, β -caroteno, α -caroteno, apocarotenales, cantaxantina, azafrán, crocina, capsantina, capsorrubina, luteína, astaxantina, rubixantina, violaxantina, rodoxantina y licopeno.

La composición dispersable en agua tal como se describe en el presente documento puede comprender dos o más carotenoides diferentes, por ejemplo, el 3% (p/p) de bixina y el 6% (p/p) de β -caroteno, que dan lugar a una composición con el 9% (p/p) de pigmento hidrófobo natural de carotenoide.

50 Preferiblemente, el pigmento hidrófobo natural de carotenoide es al menos un pigmento seleccionado del grupo que consiste en: bixina y β -caroteno.

- La presente invención se refiere a una composición dispersable en agua que comprende una dispersión de al menos el 2%, tal como al menos el 3%, tal como al menos el 4%, tal como al menos el 5%, tal como al menos el 6%, tal como al menos el 7%, tal como al menos el 8%, tal como al menos el 9%, tal como al menos el 10% (p/p) de pigmento hidrófobo natural de carotenoide tal como se describió anteriormente en forma de partículas sólidas de un tamaño promedio de como máximo 10 μm o incluso menos, estando dispersas dichas partículas en una fase acuosa que comprende al menos un emulsionante de polisorbato soluble en agua.
- Puede preferirse que la composición dispersable en agua tal como se describe en el presente documento comprenda una dispersión de menos del 50% (p/p), tal como menos del 40% (p/p) de pigmento hidrófobo natural de carotenoide.
- En realizaciones preferidas, el tamaño promedio de las partículas sólidas es como máximo de 9 μm , tal como lo máximo de 8 μm , tal como lo máximo de 7 μm , tal como lo máximo de 6 μm , tal como lo máximo de 5 μm , tal como lo máximo de 4 μm , tal como lo máximo de 3 μm , tal como lo máximo de 2 μm , tal como lo máximo de 1,9 μm , tal como lo máximo de 1,8 μm , tal como lo máximo de 1,7 μm , tal como lo máximo de 1,6 μm , tal como lo máximo de 1,5 μm , tal como lo máximo de 1,4 μm , tal como lo máximo de 1,3 μm , tal como lo máximo de 1,2 μm , tal como lo máximo de 1,1 μm , tal como lo máximo de 1,0 μm , tal como lo máximo de 0,9 μm , tal como lo máximo de 0,8 μm , tal como lo máximo de 0,7 μm , tal como lo máximo de 0,6 μm , tal como lo máximo de 0,5 μm , tal como lo máximo de 0,4 μm , tal como lo máximo de 0,3 μm .
- En relación a la medición del tamaño de las partículas, en ejemplos de realización en el presente documento se usó el dispositivo MasterSizer de Malvern y se midió el D(4,3). Tal como se conoce en la técnica, el D(4,3) se refiere al diámetro medio en volumen (es decir, el mismo que en masa). Por consiguiente y tal como entiende el experto habitual en la técnica en el presente contexto, el tamaño promedio de las partículas se refiere al D(4,3) medido en el dispositivo MasterSizer de Malvern.
- Los polisorbatos son una clase de emulsionantes usados en la preparación de algunos productos farmacéuticos y alimentos. Los polisorbatos son líquidos aceitosos derivados de sorbitano etoxilado (un derivado de sorbitol) esterificado con ácidos grasos. Los nombres comerciales comunes para los polisorbatos incluyen Scattics, Alquest, Canarcel y Tween. Tal como se comentó anteriormente, los polisorbatos son muy rentables y esto es una ventaja relevante en el presente documento del uso del polisorbato como emulsionante tal como se comenta en el presente documento.
- El polisorbato puede ser, por ejemplo, polisorbato 20, polisorbato 40, polisorbato 60, polisorbato 65, polisorbato 80 o una mezcla de éstos. En ejemplos de realización en el presente documento se usó polisorbato 80 y puede ser un polisorbato preferido.
- Los ejemplos adecuados de polisorbato incluyen polisorbato con números E: E 431, E 432, E 433, E 434, E 435 ó E 436. Tal como se conoce en la técnica, los números E son códigos para sustancias que pueden usarse como aditivos alimenticios para su uso dentro de la Unión Europea, y los números E no se cambian a lo largo del tiempo y, por tanto, los números E directa e inequívocamente definen técnicamente un aditivo alimenticio de interés.
- En una realización preferida, el emulsionante soluble en agua está presente en la composición en una cantidad de al menos el 5% (p/p), tal como al menos el 6% (p/p), tal como al menos el 7% (p/p), tal como al menos el 8% (p/p), tal como al menos el 9% (p/p), tal como al menos el 10% (p/p), tal como al menos el 11% (p/p), tal como al menos el 12% (p/p), tal como al menos el 13% (p/p), tal como al menos el 14% (p/p), tal como al menos el 15% (p/p), y tal como al menos el 20% (p/p).
- En una realización preferida, el emulsionante soluble en agua está presente en la composición en una cantidad de como máximo el 35% (p/p), tal como lo máximo del 25% (p/p), tal como lo máximo del 24% (p/p), tal como lo máximo del 23% (p/p), tal como lo máximo del 22% (p/p), tal como lo máximo del 21% (p/p), tal como lo máximo del 20% (p/p).
- La baja concentración de emulsionante soluble en agua necesaria en la composición colorante de la presente invención para lograr la estabilidad del ácido así como el alto poder tintóreo asegura que los costes de producción pueden mantenerse al mínimo y los inventores han encontrado que no es detectable un sabor desagradable del emulsionante soluble en agua en el producto colorante comestible terminado (por ejemplo, una bebida no alcohólica).
- Tal como se comentó anteriormente en relación al primer aspecto, la razón (p/p) de emulsionante de polisorbato:pigmento de carotenoide está en el intervalo de 1:10 a 4:1, más preferiblemente en el intervalo de 1:10 a 3:1.
- Tal como se comentó anteriormente, los ejemplos de realización en el presente documento muestran que es posible obtener buenos productos colorantes de carotenoide incluso con el uso de cantidades relativamente pequeñas de polisorbato como emulsionante, lo que es una ventaja de la presente invención. Preferiblemente, no se usa más polisorbato que el requerido para obtener una composición dispersable en agua tal como se describe en el presente

documento.

Puede preferirse que la razón (p/p) de emulsionante de polisorbato:pigmento de carotenoide esté en el intervalo de 1:4 a 4:1, tal como de 1:4 a 3:1 o tal como de 1:3 a 3:1. En una realización preferida de la invención, la razón (p/p) de emulsionante de polisorbato:pigmento de carotenoide está en el intervalo de 1:4 a 2:1, tal como de 1:2,5 a 2,5:1 o tal como de 1:2 a 2:1.

La composición dispersable en agua tal como se describe en el presente documento puede comprender otros tipos de emulsionante distinto al polisorbato. Sin embargo, se prefiere que al menos el 80% (p/p) de la cantidad total de emulsionante en la composición dispersable en agua sea el emulsionante de polisorbato, más preferiblemente que al menos el 90% (p/p) de la cantidad total de emulsionante en la composición dispersable en agua sea el emulsionante de polisorbato, incluso más preferiblemente que al menos el 97% (p/p) de la cantidad total de emulsionante en la composición dispersable en agua sea el emulsionante de polisorbato y lo más preferiblemente que esencialmente todo de la cantidad total de emulsionante en la composición dispersable en agua sea el emulsionante de polisorbato.

Preferiblemente, el pH de la composición dispersable en agua es un pH desde 1 hasta 7, más preferiblemente un pH desde 2 hasta 5, e incluso más preferiblemente un pH desde 2,5 hasta 4.

Preferiblemente, la composición dispersable en agua tal como se describe en el presente documento también comprende un antioxidante (tal como tocoferoles, extracto de romero, ácido ascórbico o ascorbatos).

En una realización preferida, las partículas sólidas se dispersan en la fase acuosa en ausencia de un hidrocoloide. El término "hidrocoloide" tal como se usa en el presente documento se refiere a un coloide protector que previene la aglomeración de los pigmentos y, por tanto, proporciona actividad de humectación y dispersión. Los ejemplos de hidrocoloides incluyen gelatina, goma arábica, pectina de remolacha y derivados de succinato de octenilo de almidón. El succinato de octenilo de almidón es el nombre común dado al succinato de n-octenilo de almidón que se obtiene tratando el almidón con anhídrido succínico de n-octenilo a pH 8-8,5. Este tipo de derivado de almidón es aniónico debido a un grupo carboxilo e hidrófobo debido a la cadena de alqueno C₈. El número E común de derivados de succinato de octenilo de sodio de almidón es E1450 (véase la legislación de aditivos alimenticios de la U.E.).

Preferiblemente, las partículas sólidas del primer aspecto comprenden cristales de carotenoide (preferiblemente bixina y/o β-caroteno) recubiertos con polisorbato y las partículas sólidas comprenden menos del 0,5% (preferiblemente el 0%) (p/p) de grasa, aceite o cera.

En una realización particular preferida, la composición dispersable en agua del primer aspecto y las realizaciones relevantes de la misma en el presente documento es una composición dispersable en agua, en la que la composición dispersable en agua comprende una dispersión de al menos el 10% (p/p) de β-caroteno como pigmento natural en forma de partículas sólidas de un tamaño promedio de como máximo 10 μm, estando dichas partículas dispersas en una fase acuosa que comprende polisorbato como emulsionante soluble en agua y en la que la razón (p/p) de emulsionante de polisorbato:pigmento de β-caroteno está en el intervalo de 1:3 a 3:1. En relación a la realización inmediatamente anterior, se prefiere que:

- la composición comprenda al menos el 12% (p/p) de β-caroteno, más preferiblemente al menos el 14% (p/p) de β-caroteno e incluso más preferiblemente al menos el 18% (p/p) de β-caroteno;

- las partículas sólidas tengan un tamaño promedio de como máximo 4 μm, más preferiblemente de como máximo 2 μm, incluso más preferiblemente de como máximo 1,5 μm, y lo más preferiblemente de como máximo 1,0 μm; y/o;

- la razón (p/p) de emulsionante de polisorbato:pigmento de β-caroteno está en el intervalo de 1:2 a 3:1, más preferiblemente en el intervalo de 1:2 a 2:1, e incluso más preferiblemente en el intervalo de 1:2 a 1,5:1; y/o

- en la que las partículas sólidas comprendan cristales de β-caroteno recubiertos con polisorbato y las partículas sólidas comprendan menos del 0,5% (preferiblemente el 0%) (p/p) de grasa, aceite o cera.

En una realización particular preferida, la composición dispersable en agua del primer aspecto y las realizaciones descritas de la misma en el presente documento es una composición dispersable en agua, en la que la composición dispersable en agua comprende una dispersión de al menos el 10% (p/p) de bixina como pigmento natural en forma de partículas sólidas de un tamaño promedio de como máximo 10 μm, estando dicha partícula dispersas en una fase acuosa que comprende polisorbato como emulsionante soluble en agua y en la que la razón (p/p) de emulsionante de polisorbato:pigmento de bixina está en el intervalo de 1:3 a 3:1. En relación a la realización inmediatamente anterior, se prefiere que:

- la composición comprenda al menos el 12% (p/p) de bixina, más preferiblemente al menos el 14% (p/p) de bixina, e incluso más preferiblemente al menos el 18% (p/p) de bixina;

- las partículas sólidas tengan un tamaño promedio de como máximo 4 μm, más preferiblemente de como máximo 2 μm, incluso más preferiblemente de como máximo 1,5 μm, y lo más preferiblemente de como máximo 1,0 μm;

- la razón (p/p) de emulsionante de polisorbato:pigmento de bixina esté en el intervalo de 1:2 a 3:1, más preferiblemente en el intervalo de 1:2 a 2:1, e incluso más preferiblemente en el intervalo de 1:2 a 1,5:1; y/o

- en la que las partículas sólidas comprendan cristales de bixina recubiertos con polisorbato y las partículas sólidas comprendan menos del 0,5% (preferiblemente el 0%) (p/p) de grasa, aceite o cera.

5 La composición dispersable en agua según la presente invención es útil en la fabricación de un producto comestible o un producto farmacéutico. Un producto comestible puede ser, por ejemplo, un producto alimenticio o un producto de pienso. La composición dispersable en agua según la presente invención puede usarse como un colorante para productos alimenticios, de pienso y/o farmacéuticos. La composición es particularmente útil en aplicaciones de bajo pH tales como en aplicaciones en las que el pH del producto esté por debajo de 7, tal como por debajo de 6, tal como por debajo de 4, o incluso por debajo de un pH de 3. La mayoría de productos alimenticios están en el intervalo ácido y una aplicación útil específica incluye la coloración de productos de bebida. En los productos de bebida, el pH está normalmente alrededor de 2-3, y el producto de bebida es, por tanto, preferiblemente un producto de bebida en el que el pH es desde pH 2 hasta 3.

15 Los ejemplos preferidos de un producto alimenticio son bebida, gominola, mermelada, confitura, confitería, grageas de chocolate recubiertas, tripas de salchichas, pastas alimentarias, macarrones, queso, comida preparada o alimentos extruidos. El ejemplo preferido de una bebida es una bebida no alcohólica.

En un aspecto específico, la presente invención se refiere a un producto farmacéutico que comprende una composición según la descripción anterior.

20 Tal como se comentó anteriormente, un cuarto aspecto de la invención se refiere a un método para preparar una composición de pigmento dispersable en agua del primer aspecto y las realizaciones relevantes de la misma en el presente documento, comprendiendo el método preparar una dispersión de al menos el 2% (p/p) de pigmento hidrófobo natural de carotenoide en forma de partículas sólidas triturando el pigmento en una fase acuosa que comprende polisorbato como emulsionante soluble en agua, para obtener una dispersión que comprende el pigmento en forma de partículas sólidas de un tamaño promedio de como máximo 10 µm.

25 Preferiblemente, la trituración se realiza mediante molienda, preferiblemente molienda húmeda. Una molienda preferida es la molienda de bolas.

30 Tal como entiende un experto habitual en la materia en el presente contexto, las realizaciones preferidas en relación a una composición dispersable en agua del primer aspecto pueden implicar realizaciones preferidas evidentes correspondientes en relación al cuarto aspecto de la invención (en relación al método para preparar una composición de pigmento dispersable en agua del primer aspecto).

Por ejemplo, en relación al método del cuarto aspecto puede preferirse que:

- el pigmento se triture en una fase acuosa en ausencia de un hidrocoloide;
- el emulsionante de polisorbato esté presente en una cantidad de al menos el 5% (p/p);
- la razón de emulsionante de polisorbato:pigmento de carotenoide esté en un intervalo de 1:10 a 4:1.

35 La invención a continuación será ilustrada adicionalmente en los siguientes ejemplos no limitativos.

Ejemplos

Ejemplo 1: composición con beta-caroteno y polisorbato

Composición de la suspensión molida:

Componente	%	Cantidad (g)
Agua desm.	73,8	2952
Polisorbato 80	7,5	300
Ácido ascórbico	3	120
Sorbato de K	0,1	4
Ácido acético	0,6	24
Cristales de beta-caroteno	15	600
Ácido cítrico hasta pH 3,0-3,5		

Molienda de bolas:

40 Se molió la suspensión colorante en un molino de bolas LabStar (Netzsch, Alemania) en dos etapas.

Se midió el tamaño de partícula de los cristales de beta-caroteno molidos en un dispositivo Mastersizer de Malvern.

Durante la primera etapa de molienda, se equipó el molino con 450 ml de perlas (SiliBeads ZY, Sigmund Lindner GmbH, Alemania) con diámetros en el intervalo de 0,6-0,8 mm y una ranura de 0,2 mm en el molino.

Se continuó la molienda hasta que todas las partículas con un diámetro por encima de 10 micrómetros habían desaparecido.

- 5 Luego se cambiaron las perlas con 450 ml de perlas más pequeñas (SiliBeads ZY, Sigmund Lindner GmbH, Alemania) con diámetros en el intervalo de 0,3-0,4 mm.

Se continuó la molienda hasta que se obtuvo un tamaño de partícula (d(4,3)) de 0,26 micrómetros. Después del almacenamiento durante 3 meses a 4°C, se midió un tamaño de partícula medio d(4,3) de 0,28 micrómetros.

- 10 La viscosidad de la composición todavía era muy baja después de la molienda y éste todavía era el caso después del almacenamiento durante 3 meses a 4°C.

Se midió la concentración del beta-caroteno: el 12,48%.

Se disolvieron 0,032 g de la formulación colorante en 250 ml de un medio de bebida no alcohólica habitual con un valor de pH de 3,0 y se midió en un cromámetro Minolta, CT310.

Se midió el croma a 96,51, que es un valor alto.

- 15 Ejemplo 2: composición con bixina y polisorbato cristalinos

Composición de la suspensión molida:

Componente	%	Cantidad (g)
Agua desm.	73,8	2952
Polisorbato 80	7,5	300
Ácido ascórbico	3	120
Sorbato de K	0,1	4
Ácido acético	0,6	24
Cristales de bixina al 90%	15	600
Ácido cítrico hasta pH 3,0-3,5		

Molienda de bolas:

Se molió la suspensión colorante en un molino de bolas LabStar (Netzsch, Alemania) en dos etapas.

Se midió el tamaño de partícula de los cristales de bixina molidos en un dispositivo Mastersizer de Malvern.

- 20 Durante la primera etapa de molienda, se equipó el molino con 450 ml de perlas (SiliBeads ZY, Sigmund Lindner GmbH, Alemania) con diámetros en el intervalo de 0,6-0,8 mm y una ranura de 0,2 mm en el molino.

Se continuó la molienda hasta que se obtuvo un tamaño de partícula (d(4,3)) de 0,73 micrómetros.

Luego se cambiaron las perlas con 450 ml de perlas más pequeñas (SiliBeads ZY, Sigmund Lindner GmbH, Alemania) con diámetros en el intervalo de 0,3-0,4 mm y una ranura de 0,1 mm en el molino.

- 25 Se continuó la molienda hasta que se obtuvo un tamaño de partícula (d(4,3)) de 0,28 micrómetros. Después del almacenamiento durante 3 meses a 4°C, se midió un tamaño de partícula medio d(4,3) de 0,28 micrómetros.

La viscosidad de la composición todavía era muy baja después de la molienda y éste todavía era el caso después del almacenamiento durante 3 meses a 4°C.

Se midió la concentración de la bixina: el 13,0%.

- 30 Se disolvieron 0,0385 g de la formulación colorante en 250 ml de un medio de bebida no alcohólica habitual con un valor de pH de 3,0 y se midió en un cromámetro Minolta, CT310.

Se midió el croma a 90,18, que es un valor alto.

Ejemplo 3: composición con beta-caroteno y polisorbato

Composición de la suspensión molida:

Componente	%	Cantidad (g)
Agua desm.	66,3	2652
Polisorbato 80	15	600
Ácido ascórbico	3	120

Sorbato de K	0,1	4
Ácido acético	0,6	24
Cristales de beta-caroteno	15	600
Ácido cítrico hasta pH 3,0-3,5		

Molienda de bolas:

Se molió la suspensión colorante en un molino de bolas LabStar (Netzsch, Alemania) en dos etapas.

Se midió el tamaño de partícula de los cristales de beta-caroteno molidos en un dispositivo Mastersizer de Malvern.

- 5 Durante la primera etapa de molienda, se equipó el molino con 450 ml de perlas (SiliBeads ZY, Sigmund Lindner GmbH, Alemania) con diámetros en el intervalo de 0,6-0,8 mm y una ranura de 0,2 mm en el molino.

Se continuó la molienda hasta que todas las partículas con un diámetro por encima de 10 micrómetros habían desaparecido.

Luego se cambiaron las perlas con 450 ml de perlas más pequeñas (SiliBeads ZY, Sigmund Lindner GmbH, Alemania) con diámetros en el intervalo de 0,3-0,4 mm.

- 10 Se continuó la molienda hasta que se obtuvo un tamaño de partícula (d(4,3)) de menos de 0,30 micrómetros.

La viscosidad de la composición todavía era muy baja después de la molienda.

Se midió la concentración del beta-caroteno: alrededor del 12-13%.

Ejemplo 4: Composición con bixina y polisorbato cristalinos

Composición de la suspensión molida:

Componente	%	Cantidad (g)
Agua desm.	63,3	2476
Polisorbato 80	11	440
Ácido ascórbico	4	160
Benzoato de K	0,1	4
Ácido acético al 30%	0,6	80
Cristales de bixina al 90%	21	840
Ácido cítrico hasta pH 3,0-3,5		

- 15 Molienda de bolas:

Se molió la suspensión colorante en un molino de bolas LabStar (Netzsch, Alemania) en dos etapas.

Se midió el tamaño de partícula de los cristales de bixina molidos en un dispositivo Mastersizer de Malvern.

- 20 Durante la primera etapa de molienda, se equipó el molino con 450 ml de perlas (SiliBeads ZY, Sigmund Lindner GmbH, Alemania) con diámetros en el intervalo de 0,6-0,8 mm y una ranura de 0,2 mm en el molino. Se continuó la molienda hasta que se obtuvo un tamaño de partícula (d(v,0,5)) de 0,42 micrómetros. Luego se cambiaron las perlas con 450 ml de perlas más pequeñas (SiliBeads ZY, Sigmund Lindner GmbH, Alemania) con diámetros en el intervalo de 0,3-0,4 mm y una ranura de 0,1 mm en el molino. Se continuó la molienda hasta que se obtuvo un tamaño de partícula (d(v,0,5)) de 0,25 micrómetros. Después del almacenamiento durante 3 meses a 4°C, se midió un tamaño de partícula medio d(v,0,5) de 0,28 micrómetros.

- 25 La viscosidad de la composición también fue muy baja después de la molienda. Éste todavía era el caso después del almacenamiento durante 3 meses a 4°C.

Ejemplo 5: composición con beta-caroteno y polisorbato

Composición de la suspensión molida (fórmula de beta-caroteno al 20%):

Componente	%	Cantidad (g)
Agua desm.	54,3	2118
Polisorbato 80	20	800
Ácido ascórbico	4	160
Sorbato de K	0,1	4
Ácido acético al 30%	0,6	80
Beta-caroteno cristalino	21	840
Ácido cítrico hasta pH 3,0-3,5		

Molienda de bolas:

Se molió la suspensión colorante en un molino de bolas LabStar (Netzsch, Alemania) en dos etapas. Se midió el tamaño de partícula de los cristales de beta-caroteno molidos en un dispositivo Mastersizer de Malvern.

- 5 Durante la primera etapa de molienda, se equipó el molino con 450 ml de perlas (SiliBeads ZY, Sigmund Lindner GmbH, Alemania) con diámetros en el intervalo de 0,6-0,8 mm y una ranura de 0,2 mm en el molino. Se continuó la molienda hasta que todas las partículas con un diámetro por encima de 10 micrómetros habían desaparecido. Luego se cambiaron las perlas con 450 ml de perlas más pequeñas (SiliBeads ZY, Sigmund Lindner GmbH, Alemania) con diámetros en el intervalo de 0,3-0,4 mm.

Se continuó la molienda hasta que se obtuvo un tamaño de partícula (d(v,4,3)) de 0,28 micrómetros. Después del almacenamiento durante 3 meses a 4°C, se midió un tamaño de partícula medio d(v,4,3) de 0,29 micrómetros.

- 10 La viscosidad de la composición todavía era muy baja después de la molienda. Éste todavía era el caso después del almacenamiento durante 3 meses a 4°C.

Ejemplo A: composición con cúrcuma/curcumina en polvo y polisorbato (ejemplo comparativo)

Composición de la suspensión molida:

Componente	%	Cantidad (g)
Agua desm.	68,2	2728
Polisorbato 80	10	400
Sorbato de K	0,1	4
Ácido acético	0,6	24
Polvo de curcumina al 95%	21	840
Ácido cítrico hasta pH 3,0-3,5		

Molienda de bolas:

- 15 Se molió la suspensión colorante en un molino de bolas LabStar (Netzsch, Alemania) en dos etapas.
Se midió el tamaño de partícula de la curcumina en polvo molida en un dispositivo Mastersizer de Malvern.
Durante la primera etapa de molienda, se equipó el molino con 450 ml de perlas (SiliBeads ZY, Sigmund Lindner GmbH, Alemania) con un diámetro en el intervalo de 0,6-0,8 mm y una ranura de 0,2 mm en el molino.
Se continuó la molienda hasta que se obtuvo un tamaño de partícula (d(4,3)) de 0,47 micrómetros.
- 20 Luego se cambiaron las perlas con 450 ml de perlas más pequeñas (SiliBeads ZY, Sigmund Lindner GmbH, Alemania) con diámetros en el intervalo de 0,3-0,4 mm y una ranura de 0,1 mm en el molino.
Se continuó la molienda hasta que se obtuvo un tamaño de partícula (d(v,0,5)) de 0,25 micrómetros. La viscosidad de la composición era todavía muy baja.
- 25 Después del almacenamiento durante dos semanas a 4°C en un frigorífico común, la viscosidad aumentó dramáticamente y el tamaño de partícula también aumentó. El d(v,0,5) en este periodo aumentó desde 0,25 micrómetros hasta 0,95 micrómetros. Esto demuestra que la combinación de cúrcuma como pigmento y polisorbato no funciona, ya que no conduce a composiciones colorante estables.

Ejemplo B: composición con beta-caroteno y ésteres de ácido cítrico de mono/diglicéridos de ácidos grasos (ejemplo comparativo)

- 30 Composición de la suspensión:

Componente	%	Cantidad (g)
Agua desm.	79,9	3196
Éster de ácido cítrico de mono/diglicéridos de ácidos grasos (Citrem N-12)	10,0	400
Ácido ascórbico	5,0	200
Sorbato de K	0,1	4
Ácido acético	0,6	24
Cristales de beta-caroteno	5,0	200
Ácido cítrico hasta pH 3,0-3,5		

Molienda de bolas:

Se intentó moler la suspensión colorante en un molino de bolas LabStar (Netzsch, Alemania) equipado con 450 ml de perlas (SiliBeads ZY, Sigmund Lindner GmbH, Alemania) con diámetros en el intervalo de 0,6-0,8 mm y una

ranura de 0,2 mm en el molino.

Esto resultó imposible debido a una viscosidad muy alta.

Ejemplo C: composición con carbo vegetabilis y polisorbato (ejemplo comparativo)

Composición de la suspensión molida (fórmula de carbo al 5%):

Componente	%	Cantidad (g)
Agua desm.	50	2000
Ácido acético	1	40
Polisorbato	15	600
Pasta de carbo con carbo al 15%	34	1360
Ácido cítrico hasta pH 3,0-3,5		

5 Molienda de bolas:

Se molió la suspensión colorante en un molino de bolas LabStar (Netzsch, Alemania) en dos etapas. Se midió el tamaño de partícula de los cristales de beta-caroteno molidos en un dispositivo Mastersizer de Malvern.

10 Durante la primera etapa de molienda, se equipó el molino con 450 ml de perlas (SiliBeads ZY, Sigmund Lindner GmbH, Alemania) con diámetros en el intervalo de 0,6-0,8 mm y una ranura de 0,2 mm en el molino. Se continuó la molienda hasta que todas las partículas con un diámetro por encima de 10 micrómetros habían desaparecido. Luego se cambiaron las perlas con 450 ml de perlas más pequeñas (SiliBeads ZY, Sigmund Lindner GmbH, Alemania) con diámetros en el intervalo de 0,3-0,4 mm.

15 Se continuó la molienda hasta que se obtuvo un tamaño de partícula (d (v,0,5)) de 0,21 micrómetros. La viscosidad de la composición era todavía muy baja. Se almacenó la composición molida a 4°C durante 4 días. El tamaño de partícula había aumentado entonces hasta un d(v,0,5) de 1,13 micrómetros. Esto demuestra que esta composición colorante no es estable.

Ejemplo D: composición con carbo vegetabilis y polisorbato (ejemplo comparativo)

Composición de la suspensión molida (receta de carbo al 5%):

Componente	%	Cantidad (g)
Agua desm.	22,33	893,3
Ácido acético	1	40
Polisorbato	10	400
Pasta de carbo con carbo al 15%	66,7	2666,7
Ácido cítrico hasta pH 3,0-3,5		

Molienda de bolas:

20 Se molió la suspensión colorante en un molino de bolas LabStar (Netzsch, Alemania) en dos etapas. Se midió el tamaño de partícula de los cristales de beta-caroteno molidos en un dispositivo Mastersizer de Malvern.

25 Durante la primera etapa de molienda, se equipó el molino con 450 ml de perlas (SiliBeads ZY, Sigmund Lindner GmbH, Alemania) con diámetros en el intervalo de 0,6-0,8 mm y una ranura de 0,2 mm en el molino. Se continuó la molienda hasta que todas las partículas con un diámetro por encima de 10 micrómetros habían desaparecido. Luego se cambiaron las perlas con 450 ml de perlas más pequeñas (SiliBeads ZY, Sigmund Lindner GmbH, Alemania) con diámetros en el intervalo de 0,3-0,4 mm.

30 Se continuó la molienda hasta que se obtuvo un tamaño de partícula (d (v,0,5)) de 0,20 micrómetros. La viscosidad de la composición era todavía muy baja. Se almacenó la composición molida a 4°C durante 4 días. El tamaño de partícula había aumentado entonces hasta un d(v,0,5) de 0,90 micrómetros. Esto demuestra que esta composición colorante no es estable.

Ejemplo E: composición con clorofilina de cobre y polisorbato (ejemplo comparativo)

Clorofilina de Cu/polisorbato: 2/1

Fase acuosa 1)

Componente	Gramos
Agua desm.	1241
Clorofilina de Cu	520

Se agitó hasta que toda la clorofilina de Cu se había disuelto.

Fase acuosa 2)

Componente	Gramos
Agua desm.	1875
Sorbato de K	4
H ₂ SO ₄ conc.	75

5 Cuando todo se había disuelto, se añadió la fase acuosa 1 a la fase acuosa 2 en agitación. Cuando todo se había añadido, se trató la suspensión durante 2 minutos en un mezclador Silverson para fomentar la formación de grumos de clorofilina de Cu precipitada.

Después de este tratamiento, se midió el pH a 2,35.

Luego se añadieron 260 g de polisorbato a la suspensión de clorofilina de Cu.

Se midió el pH a 2,43.

Se agitó durante dos horas.

10 La suspensión parecía muy viscosa, demasiado viscosa para la molienda de bolas.

El pH aumentó mediante la adición de KOH sólido.

Después de 2,33 g: pH: 2,66.

Después de otros 7,15 g: pH: 4,06.

La suspensión precipitada todavía parecía muy viscosa, demasiado viscosa para la molienda.

15 Se concluyó que con esta composición no será posible producir una composición colorante según la invención.

Ejemplo F: composición con clorofilina de cobre y polisorbato (ejemplo comparativo)

Clorofilina de Cu/polisorbato: 1/2

Fase acuosa 1)

Componente	Gramos
Agua desm.	1131,9
Clorofilina de Cu	260

Se agitó hasta que toda la clorofilina de Cu se había disuelto.

20 Fase acuosa 2):

Componente	Gramos
Agua desm.	937,5
Sorbato de K	2
H ₂ SO ₄ conc.	37,5

Cuando todo se había disuelto, se añadió la fase acuosa 1 a la fase acuosa 2 en agitación.

Se midió el pH a 1,94 en la suspensión de clorofilina de Cu precipitada.

Luego se añadieron 540 g de polisorbato a la suspensión.

Cuando todo se había añadido, se trató la suspensión durante 5 minutos en un dispositivo Silverson.

25 Luego se ajustó el pH a 4,35 con KOH sólido.

Se almacenó la suspensión durante la noche a 4°C para la molienda de bolas.

La viscosidad había aumentado significativamente durante la noche y el molino se obstruyó.

Luego se diluyó la suspensión hasta una concentración teórica del 6% y se molió justo después.

Molienda de bolas:

30 Se molió la suspensión colorante en un molino de bolas LabStar (Netzsch, Alemania) en dos etapas. Se midió el tamaño de partícula de los cristales de clorofilina de Cu molidos en un dispositivo Mastersizer de Malvern.

5 Durante la primera etapa de molienda, se equipó el molino con 450 ml de perlas (SiliBeads ZY, Sigmund Lindner GmbH, Alemania) con diámetros en el intervalo de 0,6-0,8 mm y una ranura de 0,2 mm en el molino. Se continuó la molienda hasta que todas las partículas con un diámetro por encima de 10 micrómetros habían desaparecido. Luego se cambiaron las perlas con 450 ml de perlas más pequeñas (SiliBeads ZY, Sigmund Lindner GmbH, Alemania) con diámetros en el intervalo de 0,3-0,4 mm.

Se continuó la molienda hasta que se obtuvo un tamaño de partícula ($d(v,0,5)$) de 0,13 micrómetros. La viscosidad de la composición era todavía muy baja. Se almacenó la composición molida a 4°C durante 4 días. El tamaño de partícula había aumentado entonces hasta un $d(v,0,5)$ de 0,44 micrómetros.

Se concluyó que esta composición colorante no era estable.

10

REIVINDICACIONES

1. Composición dispersable en agua que comprende una dispersión de al menos el 2% (p/p) de pigmento hidrófobo natural de carotenoide en forma de partículas sólidas de un tamaño promedio de como máximo 10 μm , estando dispersas dichas partículas sólidas en una fase acuosa que comprende polisorbato como emulsionante soluble en agua y
5 en la que la razón (p/p) de emulsionante de polisorbato:pigmento de carotenoide está en el intervalo de 1:10 a 4:1;
y
10 en la que el pigmento hidrófobo natural de carotenoide es al menos un pigmento seleccionado del grupo que consiste en: bixina, β -caroteno, α -caroteno, apocarotenales, cantaxantina, azafrán, crocina, capsantina, capsorrubina, luteína, astaxantina, rubixantina, violaxantina, rodoxantina y licopeno.
2. Composición dispersable en agua según la reivindicación 1, en la que el pigmento hidrófobo natural de carotenoide es al menos un pigmento seleccionado del grupo que consiste en: bixina y β -caroteno.
3. Composición dispersable en agua según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la razón (p/p) de emulsionante de polisorbato:pigmento de carotenoide está en el intervalo de 1:4 a 3:1.
15
4. Composición dispersable en agua según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la composición dispersable en agua comprende una dispersión de al menos el 5% (p/p) de pigmento hidrófobo natural de carotenoide en forma de partículas sólidas de un tamaño promedio de como máximo 10 μm .
5. Composición dispersable en agua según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el polisorbato es polisorbato 20, polisorbato 40, polisorbato 60, polisorbato 65, polisorbato 80 o una mezcla de éstos.
20
6. Composición dispersable en agua según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el emulsionante soluble en agua de polisorbato está presente en la composición en una cantidad de al menos el 5% (p/p).
7. Composición dispersable en agua según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que al menos el 80% (p/p) de la cantidad total de emulsionante en la composición dispersable en agua es el emulsionante de polisorbato.
25
8. Composición dispersable en agua según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el pH de la composición dispersable en agua es un pH desde 2 hasta 5.
9. Composición dispersable en agua según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que las partículas sólidas se dispersan en la fase acuosa en ausencia de un hidrocoloide.
30
10. Composición dispersable en agua según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que las partículas sólidas según la reivindicación 1 comprenden cristales de carotenoides recubiertos con polisorbato y las partículas sólidas comprenden menos del 0,5% (p/p) de grasa, aceite o cera.
11. Uso de una composición dispersable en agua según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, para la fabricación de un producto comestible o un producto farmacéutico.
35
12. Uso según la reivindicación 11, en el que dicha composición dispersable en agua se usa como un colorante para un producto alimenticio, un producto de pienso o un producto farmacéutico.
13. Uso según la reivindicación 12, en el que el producto alimenticio es una bebida, una gominola, una mermelada, confitura, una confitería, unas grageas de chocolate recubiertas, unas tripas de salchichas, pastas alimentarias, macarrones, queso, comida preparada o alimentos extruidos.
40
14. Producto comestible que comprende una composición dispersable en agua según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10.
15. Método para preparar una composición de pigmento dispersable en agua según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, comprendiendo el método preparar una dispersión de al menos el 2% (p/p) de pigmento hidrófobo natural de carotenoide en forma de partículas sólidas triturando el pigmento en una fase acuosa que comprende polisorbato como emulsionante soluble en agua, para obtener una dispersión que comprende el pigmento en forma de partículas sólidas de un tamaño promedio de como máximo 10 μm .
45