

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 968 242**

51 Int. Cl.:

C08B 37/00 (2006.01)

C08L 5/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.04.2009 E 18175758 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.11.2023 EP 3418307**

54 Título: **Método de preparación de una dispersión acuosa de partículas que contienen fructanos**

30 Prioridad:

23.04.2008 EP 08007836

30.05.2008 EP 08009894

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
08.05.2024

73 Titular/es:

TIENSE SUKERRAFFINADERIJ N.V. (100.0%)

Tervurenlaan 182

1150 Brussel, BE

72 Inventor/es:

FROONINCKX, KIM MARTHA JOZEFA y

HÉROUFOSSE, FRANÇOIS ALICE ALPHONSE

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 968 242 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

Método de preparación de una dispersión acuosa de partículas que contienen fructanos

5 La invención se refiere a un método de preparación de una dispersión acuosa de partículas que contienen fructanos.

Las dispersiones acuosas de partículas que contienen fructanos como tales son conocidas. Un ejemplo de tal dispersión se obtiene normalmente cuando un fructano que tiene una solubilidad en agua limitada tal como, por ejemplo, inulina, en particular cuando hay presentes cadenas de inulina que tienen un grado de polimerización de al menos 11, se mezcla con agua.

Una desventaja de tales dispersiones conocidas que se observa frecuentemente es que no son estables, en el sentido de que forman sedimentos al dejarlas en reposo. Otra desventaja frecuentemente observada de tales dispersiones es que son demasiado viscosas y/o se produce la formación de geles, de modo que ya no es posible manejar la dispersión como se desearía con un sistema líquido, por ejemplo, mediante bombeo.

15 El objetivo de la presente invención es reducir o, incluso, eliminar dicha desventaja.

Dicho objetivo se consigue mediante un procedimiento para la preparación de una dispersión acuosa de partículas que contienen fructanos, que comprende

- a) la etapa de combinar fructano y agua para formar una mezcla;
- 25 b) opcionalmente, una etapa de hidrólisis, en donde se hidroliza una porción de los fructanos en la mezcla, de modo que al final de esta etapa b) entre un 5 % en peso y un 25 % en peso de todos los fructanos en la mezcla son esencialmente no solubles a 21 °C;
- c) opcionalmente, una etapa de purificación, en donde la mezcla se pone en contacto con un agente de purificación, seguido de la eliminación del agente de purificación de la mezcla;
- 30 d) una etapa de concentración, en donde la mezcla se concentra, de modo que el contenido en sólidos se encuentra entre 61 y 80 %, con lo que se forma la dispersión acuosa,

35 en el que durante o posteriormente a la etapa d) se realiza una etapa de cizallamiento e), en donde el cizallamiento se aplica a la mezcla.

Una ventaja de la presente invención es que la dispersión acuosa de partículas que contienen fructanos puede ser estable, es decir, no forma sedimentos tras periodos de almacenamiento más prolongados de varias semanas e, incluso, meses mientras que, al mismo tiempo, la dispersión se puede manejar como un sistema líquido tal como, por ejemplo, mediante bombeo.

40 El documento US-A-5 840 884 se refiere a un método para controlar y/o modificar la morfología de la inulina. Empleando este método, se puede producir inulina que tiene, tal como se desea, una morfología predominantemente acicular o una morfología predominantemente oblonga. La inulina de morfología controlada de la presente invención (es decir, agujas, formas oblongas, o combinaciones de las mismas) se puede usar en productos alimentarios viscosos bajos en grasas y/o sin grasas en los que la inulina actúa como un mimético de la grasa. Mediante el control de la morfología de la inulina usada en tales productos alimentarios, se puede conseguir un mejor control de las propiedades físicas y organolépticas del producto alimentario.

50 El documento WO 96/01849 A se refiere a una composición de carbohidratos polidispersos fraccionados que tiene la siguiente definición: un GP promedio que es significativamente mayor que el GP promedio de una composición de carbohidratos polidispersos natural, carente significativamente de monómeros, dímeros y oligómeros de bajo peso molecular, carente significativamente de impurezas seleccionadas entre el grupo que consiste en colorantes, sales, proteínas y ácidos orgánicos, carente significativamente de coadyuvantes tecnológicos tales como productos que modifican la solubilidad.

55 El documento US H2095 H se refiere a una composición de celulosa hidrolizada coloidal / inulina como sustituto de la grasa.

60 El documento WO 97/31544 A se refiere a una composición de gel de agua, monosacáridos poliméricos sustancialmente lineales, y material insoluble que muestra una resistencia de gel, una estabilidad térmica y unas propiedades organolépticas excepcionales, que se puede usar como un mimético de la grasa en productos alimentarios. Un método de fabricación preferente incluye formar micropartículas de la composición a temperaturas elevadas.

65 El documento EP-A-0 627 490 se refiere a un método para la preparación de una inulina de cadena larga con

aislamiento simultáneo de glucosa y fructosa, en el que una suspensión acuosa de inulina bruta con una concentración de inulina bruta del 20-70 % en peso es tratada enzimáticamente con hidrolasas a temperaturas de 30-70 °C, tras lo cual las fracciones de cadena corta se degradan a mono- y disacáridos y las inulinas de cadena larga se separan de los mono- y disacáridos y se convierten en una forma seca, y se refiere también a los productos preparados de este modo y al uso de los mismos.

La presente invención se refiere a una dispersión acuosa. Tal como se indica en el presente documento, el término "dispersión" significa un sistema que comprende dos fases en el que una fase es continua y la otra fase es discontinua, y en el que la fase discontinua está distribuida a lo largo de toda la fase continua. La fase discontinua en la dispersión acuosa de acuerdo con la invención está presente en forma de partículas. Tal como significa en el presente documento, el término "partículas" incluye entidades sólidas aunque también líquidas. Si las partículas son sólidas, estas pueden estar presentes en diversas formas tales como partículas sólidas, aglomerados, o multicrisales (semi)porosos.

En términos generales, las dispersiones pueden contener un dispersante, es decir, un compuesto o mezcla de compuestos que se añaden por separado y que sirven específicamente para ayudar a crear o estabilizar una dispersión y/o influir en el tamaño de partícula. Aunque se puede usar un dispersante en la dispersión de acuerdo con la invención, es preferente no hacerlo de modo que en esta realización preferente la dispersión acuosa de acuerdo con la invención no contiene esencialmente dispersante.

Una característica importante de una dispersión es su estabilidad, definida como la ausencia de la tendencia de las partículas dispersadas a separarse, coagulase o depositarse. Tal como significa en el presente documento, una dispersión se define como estable si no se observa una separación, una coagulación o un depósito significativos durante al menos 24 horas después de haber preparado la dispersión, durante las cuales la dispersión se mantiene a una temperatura de entre 15 °C y 30 °C. Una dispersión se puede caracterizar como muy estable si no se observa tal separación, coagulación o depósito durante al menos una semana después de haber preparado la dispersión, durante la cual la dispersión se mantiene a una temperatura de entre 15 °C y 30 °C.

Las partículas en la dispersión acuosa de la invención contienen fructanos o, preferentemente, consisten esencialmente en fructanos. El término "fructano" tal como se usa en el presente documento tiene el significado común del término genérico que se refiere a un material de carbohidratos polidispersos que consiste en oligosacáridos y/o polisacáridos que tienen principalmente enlaces fructosil-fructosa con opcionalmente un residuo de partida de glucosa. El significado de "fructano" incluye los compuestos más específicos inulina, en la que los enlaces fructosil-fructosa son principalmente del tipo $\beta(2 \rightarrow 1)$, y levano, en el que los enlaces fructosil-fructosa son principalmente del tipo $\beta(2 \rightarrow 6)$.

Tal como se usa en el presente documento, el significado del término "inulina" incluye también los compuestos conocidos como oligofructosas; característico de las oligofructosas es que son inulinas en las que el grado de polimerización (GP) varía de 2 a 10.

Tal como se usa en el presente documento, los términos "oligofructosa" y "fructooligosacárido (FOS)" se consideran sinónimos.

Preferiblemente, el fructano en la dispersión acuosa de acuerdo con la invención contiene inulina o incluso consiste esencialmente solo en inulina. Asimismo, es preferente que la dispersión acuosa de acuerdo con la invención contenga esencialmente solo agua y fructanos.

Como se sabe, los fructanos tales como, por ejemplo, la inulina, pueden tener cierta solubilidad en agua, con lo que la solubilidad muestra una clara dependencia del GP. Así pues, aunque la inulina, que tiene un GP de 10 o inferior, tiene una solubilidad en agua a temperatura ambiente de buena a muy buena, se ha observado también que a temperatura ambiente los compuestos de inulina que tienen un GP de 11 o superior llegan a hacerse gradualmente cada vez más insolubles, con lo cual se sabe también que pueden pasar unas horas o, incluso, hasta 24 horas antes de que se establezca un equilibrio. Asimismo, se sabe que la solubilidad de la inulina muestra una dependencia de la temperatura, según la cual la solubilidad aumenta al aumentar la temperatura. Además, es conocido que la solubilidad de compuestos tales como los fructanos tiene límites de concentración umbral, por debajo de los cuales un fructano, incluso con un GP muy alto, se puede decir que está en solución en cualquier caso.

Por consiguiente, en el caso en el que se mezcla con agua un producto de inulina polidispersa que tiene unos GP inferiores a 10 y también unos GP de 11 o superiores, se puede observar que la inulina en parte se disolverá y en parte puede permanecer insoluble y, por tanto, puede estar presente en forma de partículas. En el contexto de la presente invención, el término "dispersiones" incluye también sistemas que tienen fructanos disueltos y fructanos no disueltos.

La expresión "(que) consiste esencialmente en" o la expresión "esencialmente solo" y equivalentes, con relación a una composición, tienen el significado habitual de que, además de los compuestos que son obligatorios, tales como los fructanos, pueden estar presentes otros compuestos, siempre que las características esenciales de la composición no se vean sustancialmente afectadas por su presencia.

Los fructanos en la dispersión acuosa de acuerdo con la invención deben ser capaces de formar una dispersión; así, al menos una porción de los fructanos debe tener una solubilidad limitada o, incluso, prácticamente ninguna solubilidad, en agua cuando se evalúan a una temperatura de entre 15 °C y 30 °C y a una concentración de dicha porción en agua de un 5 % en peso o superior y tras un tiempo de reposo de 24 horas. Para aquellos fructanos cuya solubilidad varía significativamente con el GP, este requisito puede entenderse que significa que una porción de los fructanos tiene un GP que es tal, esto significa normalmente que es lo suficientemente elevado como para promover la insolubilidad a temperatura ambiente. Preferiblemente, por tanto, al menos un 5 % en peso de la dispersión acuosa en su totalidad consiste en fructanos insolubles que, p. ej., tienen un grado de polimerización (GP) de al menos 11. Dicho % en peso es preferiblemente como máximo de un 25 % en peso; esto tiene la ventaja de que la viscosidad de la dispersión acuosa puede permanecer suficientemente baja de modo que aún permita un buen manejo de la dispersión acuosa.

La dispersión acuosa de acuerdo con la invención contiene partículas. Se ha descubierto que el tamaño de las partículas debe estar dentro de ciertos límites a fin de asegurar que la dispersión sea estable y que pueda ser manejada como un líquido.

Se ha descubierto que las partículas que contienen fructanos en la práctica son rara vez perfectamente esféricas. A fin de ser capaces aún de definir el tamaño de las partículas, un planteamiento frecuentemente usado en la práctica se usa también en el presente documento, concretamente expresar el tamaño de las partículas en términos del resultado de la medición del análisis granulométrico de las partículas por difracción láser. Como es conocido, esta medición proporciona como resultado el diámetro de la esfera que produce un patrón de dispersión de la luz equivalente a la partícula que se está midiendo; hasta una buena aproximación esta se corresponde con la esfera con un área transversal promedio equivalente. Otros detalles sobre la medición del tamaño se dan más adelante en los Ejemplos.

Puesto que las partículas que contienen fructanos no tienen frecuentemente en la práctica un tamaño sino que muestran más bien una distribución de tamaños, se encontró que era útil expresar el tamaño de las partículas mediante el parámetro D_{50} . Como es sabido, la expresión "una colección de partículas que tiene un D_a de β " significa que un α % en peso de todas las partículas de la colección tiene un tamaño como máximo de β . De acuerdo con la invención, se prefiere que el D_{50} de las partículas que contienen fructanos se encuentra entre 2 μm y 50 μm . Más preferentemente, el D_{50} de las partículas que contienen fructanos es al menos de 3 μm , 4 μm , 5 μm , o 6 μm ; y como máximo de 45 μm , 40 μm , 35 μm , 30 μm , 25 μm , 20 μm o 15 μm . Asimismo, es preferente que el valor de D_{10} se encuentre entre 0,5 μm y 5 μm , preferentemente entre 1, 1,25 o 1,5 μm y 1,75, 2,0, 2,5, 3 o 4 μm ; esto tiene la ventaja de que la cantidad de partículas muy pequeñas permanece limitada; se encontró que de este modo se mejoran adicionalmente las características de estabilidad y/o manejo de la dispersión acuosa de acuerdo con la invención.

Tal como se ha indicado anteriormente, el fructano en la dispersión acuosa de acuerdo con la invención contiene preferentemente inulina o, incluso, consiste esencialmente en inulina. Esto presenta una ventaja en comparación con la inulina en forma de polvo ya que la inulina se puede incorporar más fácilmente en muchos alimentos líquidos o en forma de gel tales como productos lácteos como leche o yogur y en preparaciones de fruta.

Por razones económicas, será ventajoso normalmente que la dispersión acuosa tenga un contenido de sólidos relativamente elevado; de este modo, se evita transportar así una gran cantidad de agua de forma innecesaria. Así pues, es preferente que entre un 5 % en peso y un 25 % en peso de la dispersión acuosa en su totalidad consista en fructanos en forma de partículas; esto significa para fructanos como la inulina que hay presentes compuestos con un grado de polimerización (GP) de al menos 11. A fin de aumentar el contenido de fructanos de la dispersión acuosa aún más, mientras se consiguen aún los objetivos de estabilidad y facilidad de manejo, es preferente que la dispersión acuosa contenga también fructanos disueltos. En el caso de la inulina, esto significaría que la dispersión acuosa contiene también oligofructosa. La cantidad total de fructanos, disueltos o no, en la dispersión acuosa debe ser tal que el contenido de sólidos de la dispersión acuosa en su totalidad se encuentre entre un 61 % en peso y un 90 % o un 85 % en peso, preferentemente entre un 62, 63, 64, o 65 % y un 80 %.

Tal como se usa en el presente documento, la expresión "contenido de sólidos" de una dispersión acuosa tiene el significado frecuentemente usado de ser el resultado de una medición en la que se controla la evolución del peso de una muestra después del secado al vacío a 70 °C. Otros detalles sobre la determinación del contenido de sólidos se dan más adelante en los Ejemplos.

En una realización particularmente preferente, el contenido de sólidos de la dispersión acuosa en su totalidad es al menos tal que contribuye significativamente a su estabilidad microbiológica. La expresión "estabilidad microbiológica", tal como se usa en el presente documento, significa la resistencia frente al crecimiento indeseado de microorganismos. Tal como es conocido por el experto en la materia, el porcentaje preciso al que debe estar el contenido de sólidos dependerá del tipo de fructano usado y se puede determinar fácilmente mediante experimentos habituales en los que se evalúa la estabilidad microbiológica de dispersiones acuosas que tienen diversos contenidos de sólidos. En caso de que el fructano de la dispersión acuosa consista principalmente o, incluso, esencialmente en inulina, el valor del contenido de sólidos es preferentemente de al menos un 62, 64, 66, o incluso un 68 %; el valor es preferentemente como máximo de un 80, 78, 76, 75, 74, 73 o incluso un 72 %.

En caso de que el contenido de sólidos sea lo suficientemente elevado como para obtener una estabilidad microbiológica aceptable, o de que la dispersión acuosa por otras razones -tal como la certidumbre de que se usará rápidamente después de su preparación- no es necesario preocuparse por este fenómeno, y la dispersión acuosa de la invención se puede preparar entonces sin la presencia de un conservante. Así pues, aunque en general la dispersión acuosa de acuerdo con la invención puede contener un conservante, es preferente que la dispersión acuosa no contenga ningún conservante. Tal como se ha indicado anteriormente, esto se mantiene en particular cuando el contenido de sólidos es lo suficientemente elevado como para asegurar ya la estabilidad microbiológica de la misma.

En varias realizaciones preferidas de acuerdo con la invención, la dispersión acuosa contendrá fructanos que están en solución, así como fructanos en forma de partículas. En estas realizaciones es preferente que el grado de polimerización (GP) promedio en número de todos los fructanos en la dispersión acuosa se encuentre entre 4,5 y 15, más preferentemente entre 5,0 y 10, siendo lo más preferente entre 5,5 y 9. El GP es el valor que corresponde al número total de unidades de sacárido (unidades G y F) en una muestra de inulina dada dividido por el número total de moléculas de inulina en dicha muestra, sin tener en cuenta los monosacáridos glucosa (G) y fructosa (F) y el disacárido sacarosa (GF) que posiblemente estén en la muestra. El grado de polimerización promedio se determina normalmente mediante el método descrito por De Leenheer et al. en *Starch/Stärke*, 46, (5), 193-196, (1994) y en *Carbohydrates as Organic Raw Materials*, Ed. H. Van Bekkum et al. para CRF, Wageningen, Países Bajos, Vol. III, 67-74, (1996).

En una realización preferente de la invención, el tamaño de partícula y el contenido de sólidos de la dispersión acuosa se seleccionan, preferentemente mediante experimentos habituales, dentro de los intervalos dados, de modo que la dispersión acuosa tenga una viscosidad de entre 5 y 50 000 Pa.s, preferentemente de entre 10 y 40 000 Pa.s, más preferentemente de entre 20 y 30 000 Pa.s. Esto presenta la ventaja de que se puede obtener un equilibrio óptimo entre las características de estabilidad y manejo.

Se ha descubierto que si una dispersión acuosa tiene una viscosidad más bien elevada, por ejemplo, superior a 500 o 1000 Pa.s, aunque dentro aún de los intervalos preferentes, puede ser necesario aumentar el esfuerzo de cizalla con el que se realiza la medición de la viscosidad. Esto debe efectuarse sin aplicar tanta cizalla que produzca un efecto destructivo sobre la dispersión acuosa; como es conocido por el experto en la técnica, una medición del barrido de oscilación con un esfuerzo de cizalla creciente y controlado aplicado a una muestra proporcionarán normalmente la información necesaria.

La dispersión acuosa se prepara en un procedimiento, que comprende:

a) la etapa de combinar fructano y agua para formar una mezcla;

b) opcionalmente, una etapa de hidrólisis, en donde se hidroliza una porción de los fructanos en la mezcla, de modo que al final de esta etapa b) entre un 5 % en peso y un 25 % en peso de todos los fructanos en la mezcla son esencialmente no solubles a 21 °C;

c) opcionalmente, una etapa de purificación, en donde la mezcla se pone en contacto con un agente de purificación, seguido de la eliminación del agente de purificación de la mezcla;

d) una etapa de concentración, en donde la mezcla se concentra, de modo que el contenido en sólidos se encuentra entre 61 y 90 u 85 %, con lo que se forma la dispersión acuosa,

en el que durante o posteriormente a la etapa d) se realiza una etapa de cizallamiento e), en donde el cizallamiento se aplica a la mezcla.

En la etapa a) del procedimiento de acuerdo con la invención, se combinan un fructano y agua a fin de formar una mezcla. Esta etapa se puede realizar mediante medios de mezclado que son conocidos como tales. Preferentemente, la cantidad de agua usada para preparar la mezcla es al menos un 5 % en peso más que la prevista para la dispersión acuosa que se ha de preparar, medida en la mezcla en su totalidad. Preferentemente, el contenido de agua en la mezcla es entre un 5 % y un 500 % mayor, preferentemente entre un 10 % y un 300 % mayor que la prevista para la dispersión acuosa que se ha de preparar. En una realización de la invención, la etapa a) tiene lugar en forma de una etapa de extracción en la que los fructanos se extraen a partir de una fuente vegetal de una forma conocida. Un ejemplo de una fuente vegetal adecuada son las raíces de achicoria.

Aunque es importante asegurar que al menos una porción de los fructanos sean no solubles en agua a temperaturas de entre 15 °C y 30 °C, puede ser que esta porción sea tan grande que pueda llevar a dispersiones acuosas que son demasiado viscosas para permitir su manejo. Puede ser beneficioso, por tanto, llevar a cabo la etapa de hidrólisis b). La hidrólisis del fructano se puede llevar a cabo mediante métodos conocidos, tales como la hidrólisis enzimática o ácida. En una realización, es preferente llevar a cabo una hidrólisis enzimática. Como es conocido, la hidrólisis enzimática se puede llevar a cabo combinando el fructano y una inulinasa en condiciones adecuadas de temperatura y pH. Preferentemente, la hidrólisis se lleva a cabo mediante una enzima que tiene principalmente o, incluso, esencialmente solo actividad endo-inulinasa.

Aunque puede ser beneficioso llevar a cabo la etapa de hidrólisis, debe asegurarse que permanece aún una porción de compuestos fructanos que son esencialmente insolubles a temperaturas de entre 15 °C y 30 °C. Así pues, se debe llevar a cabo una etapa de hidrólisis de modo que al final de esta etapa b) al menos un 5 % en peso y como máximo un 25 % en peso de todos los fructanos entonces en la mezcla son esencialmente no solubles a temperatura ambiente.

La temperatura ambiente se define en el presente documento como un valor de 21 °C. El requisito de que la etapa de hidrólisis se lleve a cabo sin demasiada reducción del GP se puede cumplir deteniendo la reacción de hidrólisis a tiempo. Esto se puede conseguir mediante medios conocidos como tales, tal como, por ejemplo, un aumento del pH y/o de la temperatura.

Debido a la naturaleza de las materias primas usadas, puede ser que la mezcla formada en la etapa a) o b) necesite ser purificada. En tal caso, se puede llevar a cabo una etapa de purificación c), en la que la mezcla se pone en contacto con un agente de purificación, seguido de la eliminación del agente de purificación de la mezcla. El agente de purificación puede contener una resina de intercambio iónico y/o carbono activado. La eliminación del agente de purificación se puede llevar a cabo mediante medios conocidos como tales, por ejemplo, asegurando que el agente de purificación esté presente en una forma fija tal como un lecho fijo y dejando que la mezcla fluya a lo largo del agente de purificación.

En el procedimiento de acuerdo con la invención, la etapa a), o posiblemente la b) o la c), va seguida de una etapa de concentración d). En esta etapa, la mezcla se concentra de modo que el contenido de sólidos se encuentre entre el 61 y el 90 u 85 %, mediante lo cual se forma una dispersión acuosa. Tal como se usa en el presente documento, el término "concentración" significa una reducción del contenido de agua. La concentración se puede llevar a cabo mediante medios conocidos como tales, tal como, por ejemplo, evaporación o separación con membrana.

La evaporación se puede llevar a cabo, por ejemplo, en un evaporador de película descendente de efecto múltiple, o en un evaporador de película ascendente, o en otro tipo de aparato de evaporación, o en una combinación de los mismos.

Además de asegurar un aumento del contenido de sólidos de la mezcla, la etapa d) también lleva normalmente a la formación de cristales (adicionales). En este procedimiento, puede ser deseable influir en la formación de cristales a fin de asegurar la formación de la dispersión acuosa de acuerdo con la invención. En una realización de la invención, la influencia del crecimiento de cristales se consigue en la etapa d) por medio de un enfriamiento y/o una adición de un compuesto de a la mezcla.

Se ha descubierto en particular que un elevado grado de control sobre la temperatura durante la etapa de concentración d) puede ser fundamental para conseguir una dispersión acuosa estable de acuerdo con la invención que tenga buenas características de manejo. Así pues, si la etapa d) se lleva a cabo mediante evaporación, entonces es preferente que ya durante la etapa d) o inmediatamente después de la misma, la temperatura se lleve rápidamente a un nivel por debajo de 40 °C, más preferentemente por debajo de 30 °C. Si se añade un compuesto de siembra a la mezcla, es preferente que el compuesto de siembra consista en partículas de fructano. Más preferentemente, el fructano y el compuesto de siembra consisten esencialmente en inulina.

Tras finalizar la etapa de concentración, se forma la dispersión acuosa de acuerdo con la invención, y se puede usar como tal o tras otro tratamiento deseable tal como llevar la dispersión acuosa a una temperatura de entre 15 y 30 °C mediante, por ejemplo, un intercambiador de calor o un aparato de refrigeración ultrarrápida.

Durante o después de la etapa de concentración d), se lleva a cabo una etapa de cizallamiento e). En esta etapa, se aplica un esfuerzo de cizalla a la mezcla o dispersión acuosa. Una ventaja de la aplicación de cizalla es que se inhibe o se previene la formación de partículas o aglomerados que son más bien grandes, reduciendo de este modo la tendencia de las partículas a coagular y/o sedimentar; dicha inhibición o prevención contribuye a la estabilidad de la dispersión acuosa. Una ventaja adicional de la aplicación de cizalla es que puede llevar a un aumento de las partículas que pueden actuar como partículas de siembra. Debido a dichas ventajas, la etapa de cizallamiento e) puede ser una etapa útil en el control del tamaño de partícula y la distribución del tamaño de partícula de modo que se consigan los valores deseados de D_{50} y D_{10} dentro de los intervalos mencionados anteriormente. La etapa de cizallamiento e) generalmente sirve para aumentar (adicionalmente) la estabilidad de la dispersión acuosa de la invención.

De forma sorprendente se ha descubierto que la etapa de cizallamiento e) puede reducir también, o incluso prevenir totalmente, cualquier tendencia de la dispersión acuosa a formar espontáneamente un gel no bombeable. En una realización preferente, si la etapa de cizallamiento e) se lleva a cabo posteriormente a la etapa de concentración d), la etapa e) se realiza como máximo una semana después de haber finalizado la etapa d). Preferentemente, la etapa e) se realiza como máximo 24 horas, o incluso 8 horas, después de haber finalizado la etapa d); la etapa e) se puede realizar también 1 hora después o inmediatamente después de haber finalizado la etapa d).

La etapa de cizallamiento e) se puede realizar mediante medios que son conocidos como tales por el experto en la técnica. Un ejemplo de la realización de la etapa de cizallamiento e) es mediante agitación de la mezcla en un vaso, en la que el vaso está equipado con medios de agitación tal como un agitador. Las condiciones específicas de la realización de la etapa de cizallamiento e) dependerán, como entenderá el experto en la técnica, de las circunstancias

del caso en la práctica; cabe señalar en el presente documento que la duración de la etapa de cizallamiento e) es preferentemente de al menos 5 minutos y se encuentra, en una realización preferente, entre 1 hora y 48 horas, más preferentemente entre 12 y 36 horas. Cabe señalar además que la realización de la etapa de cizallamiento e) será más eficaz si se tiene cuidado (mediante medios conocidos como tales por el experto en la técnica) de que la acción de cizallamiento se "sienta" efectivamente a través de la dispersión acuosa, también cuando la viscosidad de la dispersión es más bien elevada.

Otro ejemplo de la realización de la etapa de cizallamiento e) es empujar la mezcla acuosa a través de una mezcladora estática, en la que la mezcladora estática debe estar diseñada de modo que se cree una cizalla suficiente en la dispersión acuosa y, preferentemente, a lo largo de toda ella.

La invención se ilustrará mediante las Figuras y Ejemplos siguientes, sin estar limitada a los mismos.

En las figuras, la Figura 1 es una fotografía de la dispersión acuosa de acuerdo con el Ejemplo 1 de la invención; esta fotografía es de una muestra tomada desde la parte superior de un depósito que ha permanecido en reposo durante cuatro meses;

La Figura 2 es una fotografía de la misma dispersión acuosa de la Figura 1; esta fotografía, sin embargo, es de una muestra tomada desde la parte inferior del depósito;

La Figura 3 presenta un cromatograma Dionex HPAEC (cromatografía de intercambio aniónico de alta resolución) de la inulina contenida en la dispersión acuosa de la invención del Ejemplo 1;

La Figura 4 muestra un cromatograma Dionex de una inulina natural extraída de achicoria.

Ejemplo 1 (no de acuerdo con la invención)

Medición del contenido de sólidos

La determinación del contenido de sólidos se efectuó midiendo la diferencia de peso de una muestra antes y después de secado al vacío. El procedimiento conocido como tal comprendía las siguientes etapas:

- Proporcionar una cantidad pequeña de arena de mar;
- Poner la arena de mar en un secador de vacío a 70 °C y a un vacío de 3500 Pa durante 4 horas; pesar la arena de mar, siendo el resultado P1
- Añadir a la arena de mar la muestra cuyo contenido de sólidos se va a determinar;
- Pesar la muestra así preparada siendo el resultado P2, y ponerla en el secador de vacío a 70 °C y a un vacío de 3500 Pa durante 20 horas;
- Pesar la muestra tras el secado, siendo el resultado P3;
- Calcular el contenido de sólidos de acuerdo con la fórmula: $100 \times (P3 - P1)/(P2 - P1)$

Mediciones de viscosidad

La viscosidad se midió en un aparato Rheometer Bohlin CV O50. El esfuerzo de cizalla se controló a 1,5 Pa a menos que se indicara lo contrario. La medición se efectuó a una temperatura de 25 °C, sin aplicación de precizalla y después de un tiempo de estabilización de una hora y media antes de la medición.

Mediciones del tamaño de partícula

La determinación del tamaño de partícula se efectuó mediante un aparato Mastersizer 2000 (proveedor: Malvern), con una unidad de alimentación de polvo seco Scirocco o una unidad Hydro 2000S para muestras líquidas. En primer lugar la muestra se diluyó hasta un contenido de sólidos del 60 % en peso y después se centrifugó durante 90 min a 13 000 r.p.m. para separar las partículas suspendidas. Tras la retirada del sobrenadante, las partículas se volvieron a suspender en agua hasta un índice de refracción de 1,39 y se usaron directamente para la medición del tamaño de partícula. El aparato Mastersizer es capaz de determinar tamaños en el intervalo de 0,02 µm a 2000 µm. Como es habitual en este aparato, un resultado de la medición es un promedio de 5000 mediciones efectuadas a lo largo de un periodo de 5 segundos.

Preparación de la mezcla y la dispersión acuosa

Se formó una mezcla añadiendo 840 kg de inulina - producto Orafit GR, proveedor Beneo-Orafit - a agua de modo que la inulina estaba presente en un 20 % en peso. La inulina GR se caracterizaba por tener un GP promedio en número de 12; un 70 % en peso de la inulina GR tenía un GPO de 11 o más.

5 La temperatura de la mezcla se llevó hasta 60 °C. La mezcla se sometió a una etapa de UHT a 140 °C durante 30 segundos.

10 Con el fin de llevar a cabo la etapa de hidrólisis, la mezcla se alimentó después a un reactor; la temperatura se llevó hasta 60 °C, y el pH se redujo hasta 5,4 con H₂SO₄. Seguidamente, se añadieron 280 ml de una enzima endo-inulinasa (Novozymes® 960, lote KNN105). En esas condiciones se dejó que reaccionara la mezcla durante 20 horas. La reacción se llevó a su fin elevando primero el pH hasta 8 con NaOH, y después la temperatura a 90 °C durante 15 minutos; estas condiciones condujeron a la desactivación de las enzimas.

15 La mezcla se enfrió hasta 20 °C, a fin de efectuar la etapa de purificación: esta se realizó guiando la mezcla a través de una columna con una resina de intercambio aniónico de lecho fijo de tipo XA100RSCL. Posteriormente el pH de la mezcla se llevó a 6 y la mezcla se hizo pasar sobre carbono activado (Norit® ROX 0.8) y se filtró (tamaño de poro de 0,2-0,4 µm).

20 La etapa de concentración se efectuó sobre la mezcla usando un evaporador de película descendente, en 4 etapas, hasta obtener un contenido de sólidos del 72 %. Al realizar esto se formó una dispersión acuosa y se enfrió inmediatamente a 22 °C con un intercambiador de calor de carcasa y tubos.

Análisis de la dispersión acuosa

25 Un análisis de la dispersión acuosa así preparada mostró que tenía las propiedades siguientes:

- Contenido de sólidos: 72 %
- Viscosidad: 60 Pa.s
- 30 - D₁₀: 2,3 µm
- D₅₀: 8,0 µm
- 35 - un 16 % en peso de carbohidratos, es decir, un 11,5 % en peso de la dispersión en su totalidad, tenía un GP de 11 o más, tal como se midió mediante cromatografía de gases
- $\overline{GP}$: 6. Véase también la Figura 3, en la que hay que señalar que el pico a un tiempo de retención de 20,0 minutos se corresponde con un GP de 10.
- 40 - Estabilidad: muy estable; sin sedimentación o aglomeración después de 4 meses de reposo, véanse también las Figuras 1 y 2, en las que se observa tanto una ausencia de aglomeración como la no aparición de sedimentación.
- No se observó formación de gel, la dispersión acuosa era, y seguía siendo, bombeable.

Ejemplo 2 (de acuerdo con la invención)

Se preparó una dispersión acuosa de acuerdo con la invención del mismo modo que en el Ejemplo 1, aunque con las siguientes diferencias:

- 50 - La cantidad de enzima añadida se redujo de 280 ml a 150 ml;
- Posteriormente a la etapa de concentración, la dispersión acuosa se transfirió a un vaso equipado con un agitador y se agitó en el mismo durante 24 horas (etapa de cizallamiento e)).

55 La dispersión acuosa tenía las características siguientes:

- Contenido de sólidos: 70 %
- 60 - D₁₀: 1,5 µm
- D₅₀: 6,0 µm
- un 5 % en peso de los carbohidratos en la dispersión acuosa tenía un GP de 11 o más tal como se midió mediante cromatografía de gases

- Estabilidad: muy estable
 - No se observó formación de gel, la dispersión acuosa era, y seguía siendo, bombeable.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de una dispersión acuosa de partículas que contienen fructanos, que comprende:
- 5 a) la etapa de combinar fructano y agua para formar una mezcla;
- b) opcionalmente, una etapa de hidrólisis, en donde se hidroliza una porción de los fructanos en la mezcla, de modo que al final de esta etapa b) entre un 5 % en peso y un 25 % en peso de todos los fructanos en la mezcla son esencialmente no solubles a 21 °C;
- 10 c) opcionalmente, una etapa de purificación, en donde la mezcla se pone en contacto con un agente de purificación, seguido de la eliminación del agente de purificación de la mezcla;
- 15 d) una etapa de concentración, en donde la mezcla se concentra, de modo que el contenido en sólidos se encuentra entre 61 y 80 %, con lo que se forma la dispersión acuosa,
- en el que durante o posteriormente a la etapa d) se realiza una etapa de cizallamiento e), en donde el cizallamiento se aplica a la mezcla.
- 20 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que en la etapa d) se añade un compuesto de siembra a la mezcla.
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, en el que durante o inmediatamente después de la etapa d) la temperatura se lleva a un nivel por debajo de 40 °C.
- 25 4. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que la etapa de cizallamiento e) se efectúa en un vaso agitado y durante un periodo de tiempo de entre 5 minutos y 48 horas.
- 30 5. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el que se realiza la etapa c) y en el que el agente de purificación contiene una resina de intercambio iónico y/o carbono activado.

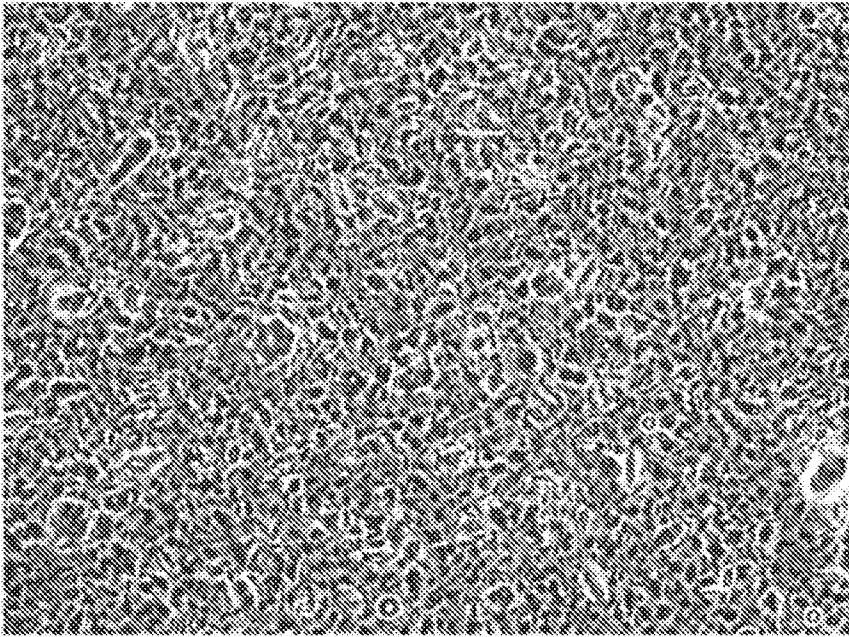


Fig. 1

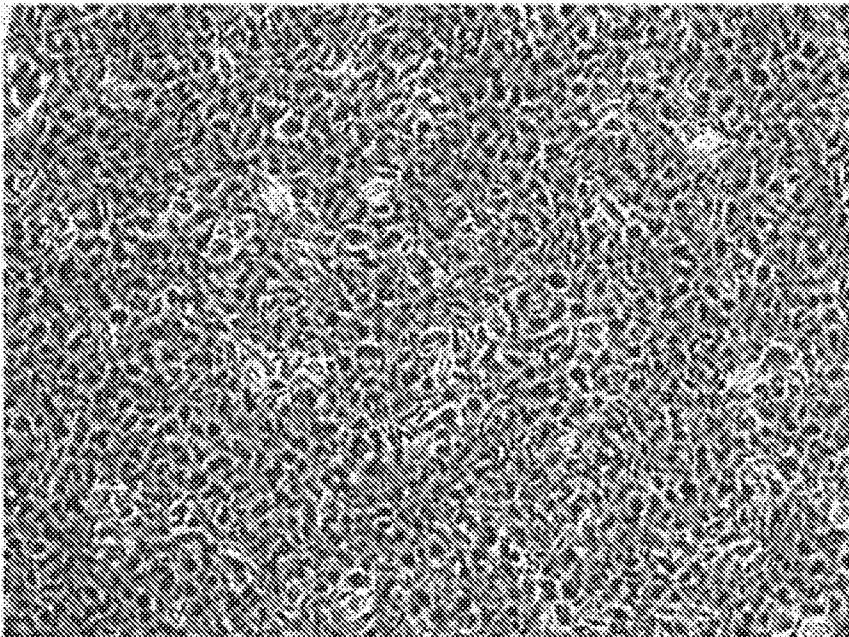


Fig. 2

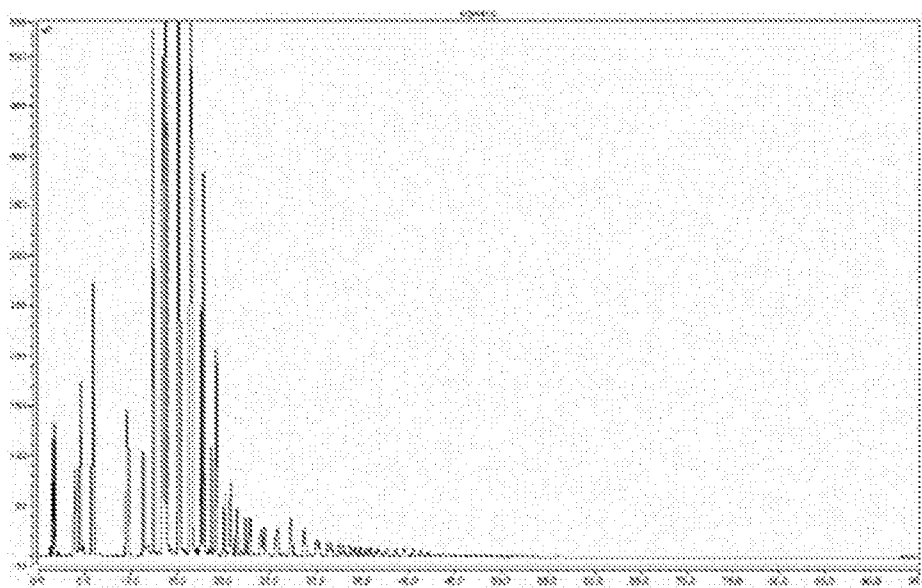


Fig. 3

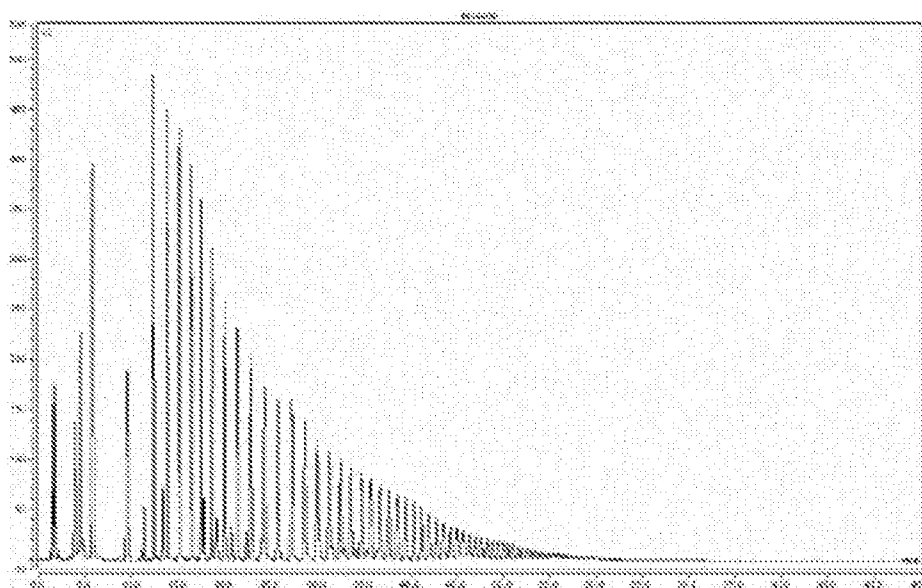


Fig. 4