

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 206 680**

51 Int. Cl.:

A23L 1/275

(2006.01)

A61K 9/50

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA MODIFICADA

T5

96 Número de solicitud europea: **97900936 .2**

96 Fecha de presentación: **20.01.1997**

97 Número de publicación de la solicitud: **0877562**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **18.11.1998**

54 Título: **Composiciones dispersables en agua conteniendo pigmentos naturales hidrofílicos insolubles en agua, métodos de preparación de las mismas y su uso**

30 Prioridad:
22.01.1996 EP 96610003

45 Fecha de publicación de la mención y de la traducción de patente europea: **16.05.2004**

45 Fecha de la publicación de la mención de la patente europea modificada BOPI: **19.06.2012**

45 Fecha de publicación de la traducción de patente europea modificada: **19.06.2012**

73 Titular/es:
**CHR. HANSEN A/S
P.O. BOX 407 BOGE ALLE 10-12
2970 HORSHOLM, DK**

72 Inventor/es:
**WINNING, Marianne y
ISAGER, Per Pihlmann**

74 Agente/Representante:
Tomas Gil, Tesifonte Enrique

ES 2 206 680 T5

DESCRIPCIÓN

Composiciones dispersables en agua conteniendo pigmentos naturales hidrofílicos insolubles en agua, métodos de preparación de las mismas y su uso.

Campo de la invención

[0001] La presente invención se refiere a composiciones dispersables en agua listas para el uso conteniendo pigmentos naturales hidrofílicos insolubles en agua, las cuales son útiles para la coloración de productos comestibles y productos farmacéuticos.

Antecedentes de la invención y técnica precedente

[0002] Los agentes colorantes se usan normalmente como aditivos en la fabricación de productos alimenticios y fármacos. Una amplia gama de tales agentes colorantes está comercialmente disponible, lo que hace posible, si se desea un tono de color determinado, seleccionar un único agente con el color deseado o una mezcla de agentes que, en una combinación apropiada, confiere el color deseado al producto.

[0003] Los agentes colorantes comerciales pueden ser sustancias sintéticas también denominadas normalmente como tintes o tintes azoicos, los agentes pueden ser también pigmentos de origen natural, p. ej. en forma de material vegetal conteniendo el pigmento o pigmentos más o menos purificados extraídos de plantas, animales o microorganismos.

[0004] Ocasionalmente, los agentes colorantes aceptables farmacéuticamente o de calidad alimentaria se proporcionan en forma de sustancias sintéticas o artificiales que tienen la misma composición química que los pigmentos de origen natural. A este tipo de agentes colorantes también se les denomina en la técnica como colores "idénticos en la naturaleza". No obstante, en el contexto actual el término "pigmento natural" se usa exclusivamente para designar pigmentos derivados de una fuente natural.

[0005] Los pigmentos naturales aceptables farmacéuticamente o de calidad alimentaria pueden ser solubles en agua o pueden ser esencialmente insolubles en agua o difícilmente solubles en agua, incluyendo los pigmentos hidrofóbicos. Un pigmento natural soluble en agua como tal sólo puede ser usado para la coloración de un producto con una fase acuosa durante y/o después de la producción. De forma similar, el uso de un pigmento natural hidrofóbico como tal requiere que el producto que va a ser coloreado tenga una fase lipídica en la que el pigmento sea soluble.

[0006] Algunos pigmentos de origen natural, tales como los quelatos metálicos de ácido carmínico y cúrcuma, norbixina y clorofilina son insolubles en agua con un pH neutro o inferior, pero son solubles en soluciones alcalinas. En este contexto, el término "pigmento natural hidrofílico insoluble en agua" se refiere a los pigmentos de origen natural que, en general, son insolubles en medios acuosos con un pH alrededor del neutro o inferior, pero que son solubles en medios acuosos con valores del pH en una gama alcalina. En consecuencia, los pigmentos naturales hidrofílicos insolubles en agua que se disuelven en medios alcalinos precipitan con un pH inferior a 7.

[0007] No obstante, es posible que se desee obtener el tono de color de un determinado pigmento natural hidrofílico insoluble en agua o de una mezcla de tales pigmentos en un producto alimenticio o un producto farmacéutico que no contenga ninguna fase en la que el pigmento sea fácilmente soluble, p. ej. una fase acuosa con valor pH inferior a 7. En consecuencia, existe una necesidad industrial de producir agentes colorantes que contengan pigmentos naturales hidrofílicos insolubles en agua en forma de composiciones resistentes al ácido miscibles en agua o dispersables en agua.

[0008] Preparaciones comerciales dispersables en agua de pigmentos naturales insolubles en agua, como el carmín, están disponibles p. ej. en Overseal Foods Ltd, Derbyshire, Inglaterra, con el nombre comercial de miChromaTM. Estos productos se proporcionan en forma de suspensiones de propilenoglicol y jarabe de glucosa y el fabricante afirma en la ficha de datos que los productos tiñen tejidos y piel.

[0009] En la industria farmacéutica y en la industria alimentaria los agentes colorantes son ampliamente usados para la coloración de las capas protectoras de azúcar de p. ej. productos de pastelería, grageas, comprimidos, píldoras, chicles y granulados. Actualmente, la mayoría de agentes colorantes disponibles para este propósito están basados en tintes sintéticos, p. ej. en forma de lacas colorantes de calidad alimentaria, dichos pigmentos están formados por precipitación y absorción de un colorante en una base o sustrato insoluble, como hidrato de alúmina. Hay disponible una amplia gama de composiciones para capas protectoras que contienen tales lacas. Hoy en día se usan normalmente dispersiones basadas en propilenoglicol para incorporar tales tintes en las soluciones usadas para aplicar las películas protectoras a los comprimidos farmacéuticos. En la técnica se reconoce que el propilenoglicol tiene un efecto negativo tanto en el tiempo de procesamiento como en las propiedades físicas de la película.

[0010] WO 92/11002 expone una composición para la formación de películas usada para el revestimiento de comprimidos y cápsulas, la cual consiste en partículas de pigmento en polvo, un polímero comestible, soluble en agua o dispersable en agua, para la formación de películas, y aproximadamente un 1-30 % en peso de agua. Esta composición se describe como una mezcla de polvo húmedo y se prepara mediante la mezcla del ingrediente seco seguida de la adición del agua pulverizándola sobre la mezcla.

[0011] Un problema muy conocido relacionado con el uso de las composiciones de agentes colorantes solubles o dispersables en agua es la tendencia de tales agentes a pasar de un compartimento de un producto alimenticio o un producto farmacéutico a otro en el que el colorante no es deseado. Este fenómeno se denomina también como "migración".

[0012] En consecuencia, es particularmente deseable obtener preparaciones de pigmentos naturales dispersables o solubles en agua que no migren durante la producción o en el producto acabado durante el almacenamiento y manipulación, o que no manchen cuando se manejan.

[0013] Otros problemas o inconvenientes relacionados con los agentes colorantes naturales miscibles en agua o dispersables en agua conocidos son la baja estabilidad frente a cambios en el tono del color generados por la luz, el calor, el catalizador y el oxígeno, y la capacidad poco satisfactoria de protección cuando se usan con el propósito de revestimiento. Los problemas que surgen con las composiciones conocidas dispersables en agua conteniendo pigmentos naturales hidrofílicos insolubles en agua, al usar dichas composiciones en medios ácidos, son que los pigmentos precipitan, se separan y se acumulan en las superficies y/o cambian el tono de color.

[0014] Por lo tanto, es evidente que hasta ahora no existían en la industria composiciones colorantes dispersables en agua con pigmentos naturales hidrofílicos insolubles en agua, basadas en dispersiones acuosas del pigmento sin aditivos potencialmente indeseables, incluyendo sustancias activas en la superficie, ni propilenoglicol, las cuales son más estables a la degradación, y las cuales no migran y no están asociadas con los problemas anteriores.

[0015] Entre las ventajas obtenidas con los agentes colorantes usados en la presente invención en forma no en polvo incluyen:

- su uso no da problemas de espolvoreo como es el caso con los productos en polvo,
- a diferencia de un producto en polvo, son más fácilmente dispersables en sistemas acuosos,
- su producción no incluye una fase de secado, lo que implica que los costes de producción son inferiores y que los pigmentos no son dañados por el calor y el oxígeno,
- tienen un mayor rendimiento de dosificación,
- pueden estar provistos de un contenido de agua y una consistencia que se adapta al campo particular de uso, p. ej. en una gama que va desde pastas concentradas a productos de baja viscosidad,

[0016] El objeto de la presente invención es proporcionar composiciones que:

- no originan problemas de migración,
- no contienen aditivos no deseados,
- no precipitan, se separan y acumulan en superficies y/o cambian de tono de color con un pH bajo, p. ej. son lo que en la técnica se denomina "resistentes al ácido"
- hacen posible conferir de forma controlada una opacidad o una reflexión deseadas a medios que de lo contrario son claros.

Resumen de la invención

[0017] Dicho objeto se resuelve por el uso de una composición dispersable en agua lista para el uso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 y un método para preparar una composición de pigmento dispersable en agua lista para el uso según las reivindicaciones 9 y 10.

Descripción detallada de la invención

[0018] Las composiciones listas para el uso usadas según la invención comprenden una dispersión de un pigmento natural hidrofílico insoluble en agua. Tal y como se utiliza en este caso, el término "hidrofílico insoluble en agua" indica que el pigmento en las cantidades usadas aquí es insoluble en agua en medios acuosos a un pH alrededor del neutro o inferior, pero solubles en medios acuosos alcalinos de tal manera que el pigmento aparecerá en una fase separada en medios acuosos con un pH neutro o inferior.

[0019] En este contexto, el término "sustancia activa en la superficie" se usa de forma intercambiable con el término "agente tensoactivo" o "tensoactivo" e incluye compuestos que generalmente se denominan agentes tensoactivos aniónicos, catiónicos, no-iónicos, anfotéricos y bipolares. Un estudio de revisión de tales sustancias activas en la superficie se da p. ej. en I Smith, Blackie Academic & Professional, 1991, 169-201. Tal y como se utiliza en este caso el término "sustancia activa en la superficie" no incluye los hidrocoloides, como se menciona más adelante. Debe

entenderse que la expresión “en ausencia de sustancias activas en la superficie” no excluye la presencia de un agente tensoactivo en cantidades menores que no confiera sustancialmente actividad en la superficie.

[0020] El pigmento natural puede ser cualquier sustancia colorante hidrofílica insoluble en agua, de calidad alimentaria o farmacéuticamente aceptable, derivada de una fuente natural. Por lo tanto, el pigmento puede tener una forma sustancialmente pura o puede estar contenido en el material en el que se produce de forma natural, como una planta o una materia animal, opcionalmente en combinación con un soporte de calidad alimentaria y/o farmacéuticamente aceptable. Los pigmentos naturales, tal y como se definen aquí, utilizados más extensamente incluyen carotenoides hidrofílicos insolubles en agua como, p.ej. norbixina, curcumina, pigmentos de porfirina incluyendo la clorofila, y carmín.

[0021] Los carotenoides que tienen un color amarillo, naranja o rojo se producen ampliamente en la naturaleza y algunas de las fuentes principales son las plantas, entre las que destacan los pastos, el árbol annatto, las especies cítricas, el *Capsicum annum*, las flores *Crocus sativus* y las flores de maravilla, las algas marinas, la levadura y algunos animales. Los carotenoides o derivados de los mismos que son hidrofílicos e insolubles en agua son útiles en la presente invención.

[0022] Otra clase importante de pigmentos naturales son los pigmentos quinínoides de los cuales el más extensamente usado es el carmín de la cochinilla que se obtiene por extracción acuosa de los insectos *Coccus cacti*. Normalmente, el extracto es precipitado en forma de la laca de aluminio insoluble conocida como carmín de la cochinilla, la cual es soluble en medios acuosos alcalinos pero difícilmente soluble en medios acuosos con pH inferior a aproximadamente 9.

[0023] Otros pigmentos naturales hidrofílicos insolubles en agua útiles en la presente invención son la curcumina, que es el pigmento más importante de la cúrcuma, el extracto coloreado de oleoresina de la planta de *Curcuma*, y pigmentos de porfirina hidrofílicos insolubles en agua, como la clorofilina, basada sustancialmente en sales hidrosolubles de derivados de feoforbida a o b.

[0024] Según la invención, los pigmentos naturales de las composiciones anteriores se presentan en forma de cuerpos con un tamaño medio de como mucho 10 μm . Preferiblemente, el pigmento está en forma de cuerpos con un tamaño medio de como mucho 5 μm , preferiblemente de como mucho 2 μm y más preferiblemente de como mucho 1 μm , p. ej. como mucho 0,1 μm o como mucho 0,01 μm . Puede observarse que la capacidad del pigmento para proporcionar un tono de color atractivo y para proporcionar una coloración eficaz p. ej. cuando la composición se usa en composiciones de revestimiento, es mayor cuanto menor sea el tamaño de los cuerpos del pigmento. La intensidad del color y la transparencia pueden ser controladas seleccionando de manera apropiada el tamaño de los cuerpos.

[0025] Según la invención, los cuerpos del pigmento son preferiblemente partículas sólidas como p. ej. partículas sólidas de curcumina, carmín, norbixina y clorofilina.

[0026] Como se ha mencionado anteriormente, los cuerpos que contienen pigmentos naturales están dispersos en una fase acuosa que comprende un hidrocoloide y la dispersión se produce sin la adición de sustancias activas en la superficie, como agentes emulsionantes o agentes tensoactivos. Para los objetivos de la presente invención, los hidrocoloides apropiados pueden ser: una proteína animal o vegetal como la gelatina, que puede derivar de mamíferos o peces, proteínas de leche o proteínas de soja, un exudado como la goma arábiga, tragacanto y otras gomas, como la goma guar, la goma de algarroba o la goma de xantano, agar, alginato, carragenina, furcellerano, pectina, harinas de cereales y almidones, derivados del almidón, celulosa microcristalina, derivados de la celulosa como la carboximetilcelulosa, la dextrana, e hidrocoloides sintéticos que incluyen por ejemplo la polivinilpirrolidona. Actualmente los hidrocoloides preferidos son la gelatina y la goma arábiga. El hidrocoloide también puede ser una mezcla de hidrocoloides.

[0027] Puede observarse que el hidrocoloide actúa como un coloide protector, que impide la aglomeración de los cuerpos del pigmento y que proporciona actividad humectante y de dispersión.

[0028] El hidrocoloide se usa idóneamente en una cantidad en la gama de 1-90% en peso de pigmento natural, así como en la gama de 2-80 % en peso. En formas de realización preferidas, la cantidad de hidrocoloide está en la gama de 3-60 % en peso, así como en la gama de 5-50 % en peso y p. ej. la cantidad de hidrocoloide puede ser inferior al 10 % en peso del pigmento natural. En otras formas de realización preferidas, la cantidad de hidrocoloide es superior al 100 % en peso del pigmento natural, p.ej. la proporción entre pigmento e hidrocoloide puede estar la gama de 1:1 a 1:1000, así como en la gama de 1:10 a 1:5000 o en la gama de 1:100 a 1:1000.

[0029] La cantidad del pigmento también puede ser calculada en la composición. De esta manera, la cantidad de hidrocoloide está preferiblemente en la gama del 1-50 % en peso de la composición, preferiblemente en la gama del 5-40 % en peso, así como en la gama del 10-25 % en peso.

[0030] Según la invención, la composición contiene agua en exceso del 10 % en peso. Una ventaja de tal composición es la posibilidad de suministrar el contenido de agua en una amplia gama, de manera que la composición puede adaptarse a las demandas particulares de los clientes. Una composición con un bajo contenido de agua aparecerá en forma de una pasta viscosa. Dependiendo del pigmento natural, una composición con un contenido de agua en la gama

del 10-40 % en peso normalmente aparece como un polvo, una pasta, un gel o un líquido viscoso. Con un contenido de agua cada vez mayor, por encima de este nivel, la consistencia de la composición adquirirá una viscosidad cada vez menor y se volverá líquida. Se considera que una composición pastosa concentrada será más beneficiosa desde el punto de vista del usuario, puesto que puede ser transportada y almacenada fácilmente y, además, el pigmento natural estará bien protegido contra la luz y la oxidación en esta forma concentrada. Es evidente que una composición concentrada según la invención con un contenido de agua de al menos el 10% en peso puede ser diluida en agua para obtener cualquier concentración deseada del pigmento.

[0031] La selección de una cantidad adecuada de pigmento natural en la composición según la invención depende del tipo particular de pigmento y de la aplicación particular destinada a la composición y, en consecuencia, se contempla una amplia gama de cantidades de pigmento, como una gama del 0.5-90 % en peso de la dispersión, aunque se pueden considerar cantidades superiores a esta gama. En formas de realización preferidas, la cantidad del pigmento está en la gama del 1-50 % en peso, y más preferiblemente puede estar en la gama del 5-40 % en peso. Basándose en la fase dispersa, una cantidad útil está en la gama del 10 a 30 % en peso, incluyendo aproximadamente el 20 % en peso de la dispersión.

[0032] En formas de realización específicas de la invención el pigmento es en forma de partículas de pigmento obtenidas por la precipitación causada por la acidificación de una solución alcalina del pigmento.

[0033] Según la invención, la fase acuosa de la composición puede contener como componente adicional un carbohidrato, un alcohol de azúcar, o una mezcla de ambos. El carbohidrato se selecciona preferiblemente de un monosacárido, un disacárido o un oligosacárido, incluyendo por ejemplo la glucosa, la lactosa, la fructosa o la sacarosa. El alcohol de azúcar puede p. ej. ser seleccionado del sorbitol, el manitol, el dulcitol, el adonitol o el sorbitol. La cantidad del alcohol de azúcar está preferiblemente en la gama del 0-95 % en peso de la dispersión, así como del 5-50 % en peso, incluyendo la gama del 10-30 % en peso.

[0034] En formas de realización útiles, la composición es una composición de revestimiento que comprende la dispersión anterior de un pigmento natural hidrofílico insoluble en agua y al menos otro ingrediente normalmente usado en una composición para colorear capas de revestimiento de p. ej. una pastilla, una gragea, una píldora o una cápsula. Tales ingredientes adicionales pueden ser seleccionados de un azúcar adicional para proporcionar un jarabe, un agente plastificante como el propilenoglicol, una resina de revestimiento de películas, un agente estabilizante, otro agente colorante como CaCO_3 o dióxido de titanio, o un alcohol inferior. La composición también puede ser una composición destinada a fines decorativos, como una composición para glaseado o una composición para "impresión".

[0035] Como se ha mencionado anteriormente, la composición resulta útil como agente colorante de productos alimenticios. Cualquier producto alimenticio que incluya una fase acuosa en la que la composición es dispersable puede ser coloreado. Un gran número de productos alimenticios tienen una fase acuosa con un pH inferior a 7 y este ambiente ácido en muchos casos hace al pigmento como tal inestable y el pigmento tenderá a precipitar dando como resultado un cambio en el tono del color. Esto se observa p. ej. en productos tales como los productos lácteos ácidos. Las composiciones usadas en la presente invención son específicamente útiles en productos alimenticios ácidos puesto que las composiciones son resistentes al ácido y no precipitan.

[0036] En otra forma de realización útil de la invención, la composición es adecuada para colorear productos alimenticios líquidos, entre los que se incluyen las bebidas refrescantes, productos líquidos carbonatados y productos lácteos.

[0037] Una aplicación interesante de la composición usada según la invención es la coloración de productos comestibles fabricados por extrusión, p. ej. las películas comestibles que contienen un producto alimenticio, por ejemplo un producto cárnico. Un ejemplo típico de esto son las películas de colágeno usadas como envoltura para los productos embutidos. Se añade una cantidad eficaz de la composición colorante a la mezcla acuosa que debe ser extruida o moldeada, y la película comestible resultante contendrá los pigmentos de color. Se ha descubierto que los pigmentos naturales cuando son incorporados en tales películas comestibles extruidas, a diferencia de los colores alimenticios conocidos, no migran al producto alimenticio contenido y, además, el pigmento no se libera en el agua en la que se cocinan los productos.

[0038] Otros ejemplos de productos extruidos en los que las composiciones de pigmentos usadas según la invención son útiles incluyen: cereales de desayuno, pasteles, pan, refrigerios, productos confitados, bollería, patatas fritas y cereales. Se ha descubierto que el hecho de que las composiciones no contengan ni sustancias activas en la superficie ni lípidos las hace particularmente útiles en la producción de productos expandidos fabricados por un proceso de extrusión, debido a que la expansión en tales procesos es inferior cuando se agregan lípidos y/o sustancias activas en la superficie a la mezcla de extrusión.

[0039] Otro uso beneficioso de las composiciones es la coloración de productos de confitería, que incluyen por ejemplo caramelos, gotas ácidas y productos de gelatina, puesto que los pigmentos de las composiciones usadas según la invención son estables al ácido.

[0040] Como se ha mencionado anteriormente, un problema bien conocido en la industria de la alimentación es el hecho de que los agentes colorantes usados en los productos alimenticios tienden a traspasarse dentro del producto alimenticio o hacia el medio exterior del producto. Este fenómeno también se denomina en la técnica como “migración”. Este problema es particularmente problemático si se produce en productos alimenticios que constan de múltiples compartimentos o capas separadas, en los que el agente colorante no se añade a todos los compartimentos, sino a sólo uno o varios de los compartimentos seleccionados. Los agentes colorantes que no migren en tales productos son, en consecuencia, muy deseables en la industria. Se ha descubierto que los pigmentos de las composiciones usadas según la invención se mantienen en el o los compartimentos en los que han sido añadidos y no migran a compartimentos adyacentes no coloreados.

[0041] Un ejemplo típico de tales productos alimenticios divididos o estratificados son los productos para postres, los cuales opcionalmente están acidulados, y que contienen al menos una capa de fruta a la que se le añade un agente colorante, y una o más capas de otros ingredientes que también tienen una fase acuosa pero a los que no se les añade un agente colorante. Otro ejemplo de tales productos es un pastel a capas. Es evidente que la migración del agente colorante a las capas no coloreadas dará como resultado una apariencia altamente inaceptable a estos productos estratificados. Como se muestra en los ejemplos posteriores, las composiciones usadas según la invención pueden ser usadas en tales productos sin que produzcan problemas de “migración”. Otro ejemplo de un producto en el que es ventajoso evitar la migración de pigmentos es un producto de cereales para el desayuno para tomar con leche.

[0042] Evitar la migración del pigmento también es fundamental para los productos comestibles que contienen una capa de decoración de la superficie en la cual se dispersa un agente colorante. Evidentemente, no se desea que el pigmento añadido emigre desde la capa de decoración hacia la capa subyacente del producto. Ejemplos típicos de productos con la superficie decorada son los productos cárnicos como el surimi y otros productos de charcutería donde la decoración puede ser p. ej. en forma de un gel con una base acuosa que está coloreado con la composición del pigmento mientras está en estado líquido y posteriormente se aplica sobre el producto para que se solidifique. Otros ejemplos de productos con la superficie decorada son los productos de panadería que llevan azúcar glasé (glaseados) por encima o partículas coloreadas de decoración. Cuando se añaden a tales capas o partículas de decoración los pigmentos de las composiciones usadas según la invención no migran de las capas o las partículas.

[0043] Las grageas constituyen un tipo particular de producto comestible de múltiples capas donde una o más capas de revestimiento, normalmente de azúcar, son aplicadas sobre un núcleo de un ingrediente comestible. Ejemplos de tales núcleos para recubrir son la goma de mascar, el azúcar granulado, las tabletas de azúcar y de chocolate. La coloración de tales núcleos comestibles normalmente se realiza en una o más fases de solidificación en las que los núcleos se cubren con un jarabe de azúcar que contiene el agente colorante. Normalmente, es necesario aplicar diferentes capas de revestimiento para obtener una cobertura suficiente de color. Con los agentes colorantes conocidos dispersables o solubles en agua a base de lacas, frecuentemente es necesario aplicar 20 o más capas de revestimiento. Se ha descubierto que las composiciones usadas según la invención son muy adecuadas para este tipo de objetivos de revestimiento ya que se pueden obtener grageas con un colorante suficiente aplicando menos de 20 capas, por ejemplo de 2 a 15 capas. Además, se ha descubierto que los pigmentos naturales de las composiciones contenidas en las capas de revestimiento no se quedan en los dedos durante la manipulación o en las superficies mucosas cuando se consumen las grageas.

[0044] Una característica muy atractiva de las composiciones usadas según la invención es que son útiles como agentes colorantes en la producción de productos farmacéuticos. Por lo tanto, las composiciones son usadas para la coloración de productos farmacéuticos con múltiples compartimentos separados esencialmente de la misma manera y con las mismas ventajas que en el método descrito anteriormente para los productos alimenticios con capas. En general, las composiciones son útiles para la coloración de composiciones usadas en las películas de revestimiento convencionales de las pastillas, píldoras o gránulos que contienen las sustancias activas farmacéuticas.

[0045] Para tales objetivos de revestimiento, la composición dispersable en agua usada según la invención se añade normalmente a una suspensión de un jarabe, p. ej. usando sacarosa. El contenido en sólidos de dicho jarabe de revestimiento normalmente está en la gama del 60-80 % en peso. La cantidad de composición del pigmento natural que se añade al jarabe de revestimiento generalmente está en la gama del 1/2-50 % en peso del jarabe. La mezcla de revestimiento así coloreada puede contener componentes adicionales tales como estabilizantes, conservantes, agentes modificadores de la viscosidad y plastificantes.

[0046] Los núcleos farmacéuticos son revestidos varias veces mediante un proceso de solidificación convencional y el número de revestimientos repetidos necesarios depende del pigmento en particular y de la apariencia deseada del producto acabado. No obstante, con la composición usada según la invención, se necesitan relativamente pocas capas de revestimiento para obtener una coloración atractiva. De hecho, normalmente se necesitan menos de 20 capas y en la mayoría de los casos bastará con 5-15 capas.

[0047] Además de las aplicaciones anteriores de las composiciones, se puede observar que éstas también son útiles para la coloración de productos farmacéuticos en forma líquida, como soluciones, suspensiones o dispersiones con fase acuosa.

[0048] Como se ha mencionado anteriormente, la presente invención proporciona, en un aspecto, un primer método de preparación de composiciones de un pigmento dispersable en agua listas para el uso.

[0049] Los pasos de la mezcla en los métodos pueden realizarse mediante cualquier técnica convencional de mezcla o combinación conocida según el estado de la técnica. Opcionalmente, la mezcla puede seguir con un desmenuzamiento para obtener cuerpos de pigmento discretos con un tamaño de como mucho 10 μm . No obstante, puede ser ventajoso continuar el desmenuzamiento hasta que el pigmento tenga forma de cuerpos con un tamaño medio de como mucho 5 μm , preferiblemente como mucho 2 μm y más preferiblemente como mucho 1 μm . También sería ventajoso dejar que el desmenuzamiento continúe hasta que el tamaño medio de los cuerpos sea de como mucho 0,1 μm , así como obtener un máximo de 0,01 μm .

[0050] El anterior paso del desmenuzamiento puede ser repetido una o más veces para lograr el tamaño de cuerpo deseado.

[0051] Las técnicas de desmenuzamiento aplicables incluyen trituración y homogenización, como se describe detalladamente en los ejemplos posteriores.

[0052] En formas de realización útiles, el pigmento es en forma de partículas que se obtienen por la precipitación del pigmento causada por la acidificación de la solución alcalina del pigmento.

[0053] En formas de realización útiles de los métodos según la invención, la cantidad de hidrocoloide es inferior al 10 % en peso del pigmento.

[0054] Las fases de dispersión del pigmento pueden, si se desea, llevarse a cabo en al menos dos pasos, de manera que se puede añadir una cantidad adicional de hidrocoloide en el segundo paso u otro posterior.

[0055] Se entenderá que los métodos de la invención también pueden comprender la preparación de una dispersión de pigmento en la cual se utiliza una mezcla de pigmentos naturales hidrofílicos insolubles en agua. De esta forma, se podrán proporcionar composiciones de pigmento con un tono de color particularmente atractivo como resultado de la combinación de dos o más pigmentos de diferentes colores.

[0056] Como también se ha mencionado anteriormente, el método puede comprender la adición de un carbohidrato en la fase acuosa antes o después de la mezcla o desmenuzamiento, o puede comprender la adición de al menos otro ingrediente en la dispersión del pigmento natural hidrofílico insoluble en agua. Tales ingredientes adicionales pueden ser seleccionados de p. ej. antioxidantes, agentes estabilizantes, plastificantes, agentes modificadores de la viscosidad, alcoholes, resinas y agentes de conservación.

[0057] La presente invención se ilustra adicionalmente mediante los siguientes ejemplos no limitativos.

Ejemplo 1

Preparación de una composición de carmín

[0058] Se añadieron 7.9 kg de gelatina (peso seco) lentamente a 17.3 kg de agua desmineralizada a una temperatura de aproximadamente 65°C con agitación hasta disolver la gelatina. Se añadieron 14.2 kg de sacarosa con agitación hasta disolver el azúcar. Se añadieron 10.5 kg de polvo de laca de carmín (50-52% de carmín) a la solución anterior con agitación usando un agitador mecánico hasta que se obtuvo una mezcla homogénea.

[0059] La mezcla fue molida usando un equipamiento adecuado hasta que se obtuvo una dispersión del pigmento estable. El producto molido fue calentado bajo agitación suave a aproximadamente 75°C y mantenido a esta temperatura durante aproximadamente 10 minutos. La composición de pigmento resultante tenía un contenido de agua de aproximadamente un 35% en peso y un contenido de pigmento de aproximadamente un 10% en peso.

Instrucción de realización 1

Preparación de una composición de carmín usando goma arábica como hidrocoloide

[0060] La composición se prepara usando esencialmente el mismo método y los mismos ingredientes que los descritos en el ejemplo 1, pero sustituyendo los 7.9 kg de gelatina por 10.5 kg de goma arábica (peso seco) y reduciendo la cantidad de azúcar a 11.6 kg.

Ejemplo 2Preparación de una composición de carmín con dispersión del carmín en dos pasos

- 5 [0061] Se añadieron 1.0 kg de gelatina (peso seco) lentamente a 16.0 kg de agua desmineralizada a una temperatura de aproximadamente 65°C con agitación hasta disolver la gelatina. Se añadieron 15.5 kg de sacarosa bajo agitación hasta disolver el azúcar. Se añadieron 10.5 kg de carmín a la mezcla anterior bajo agitación usando un agitador mecánico. La mezcla continuó hasta que se obtuvo una mezcla homogénea. La mezcla fue molida usando un molinillo adecuado hasta que se obtuvo una dispersión estable del pigmento. El producto molido fue calentado bajo agitación suave hasta aproximadamente 70°C, se añadieron 7.0 kg de gelatina y se disolvieron por agitación. La temperatura se mantuvo a esta temperatura durante aproximadamente 10 minutos. La composición resultante tenía un contenido de agua de aproximadamente un 32% en peso.

Ejemplo 3Preparación de una composición de norbixina

- 15 [0062] Se preparó una solución de azúcar - gelatina mediante la adición de 2.0 kg de gelatina (peso seco) lentamente a 4.4 kg de agua desmineralizada a una temperatura de aproximadamente 65°C con agitación hasta disolver la gelatina.
- 20 Se añadieron 3.6 kg de sacarosa con agitación hasta disolver el azúcar. Se añadieron 0.39 kg de pigmento A-1400-WS (4.8% de solución acuosa alcalina de annatto) a 9.6 kg de la mezcla anterior bajo agitación usando un agitador mecánico. La mezcla fue continuada hasta que se obtuvo una mezcla homogénea. El pH de la mezcla fue aproximadamente 5.6. La composición resultante tenía un contenido de agua de aproximadamente un 46% en peso.

Ejemplo 4Preparación de una composición de clorofilina

- 30 [0063] Se disolvieron 100 g de clorofilina en polvo en 300 g de agua desmineralizada y el pH de la solución se redujo a aproximadamente 4-5 con 25 g de ácido cítrico. Se añadieron 150 g de gelatina (peso seco) y 425 g de sacarosa y se disolvieron mediante un aumento de la temperatura del medio hasta aproximadamente 65°C con agitación hasta que se obtuvo una mezcla homogénea.
- 35 [0064] La mezcla fue molida hasta que se obtuvo el tamaño de pigmento requerido. El producto molido fue calentado bajo agitación suave hasta aproximadamente 75°C y se mantuvo a esta temperatura durante aproximadamente 10 minutos. La composición de pigmento resultante tenía un contenido de agua de aproximadamente el 30% en peso.

Ejemplo 5

- 40 Estudio comparativo de la migración en un postre acidulado coloreado con una composición de pigmento según la invención y agentes colorantes de referencia

- 45 [0065] Se mezcló manzana triturada con la cantidad mencionada abajo de agentes colorantes y se cultivaron recipientes de cristal de 25 ml hasta la mitad con las mezclas y la mitad restante de los recipientes fue rellena con yogurt. Los recipientes fueron mantenidos a 5°C y la migración del color en la capa de yogurt fue registrada en cm después de 4, 7, 11 y 28 días.

- 50 [0066] El agente colorante de referencia era un producto de Chr. Hansen P15, Hørsholm, Dinamarca. Se evaluaron los siguientes agentes (dosificaciones en g de agente colorante/g de manzana triturada):

- CO-820-WS-AP: ácido de carmín disuelto en propilenoglicol, ácido cítrico y agua (0.150)
- Composición de carmín del Ejemplo 1 (0.052).

Tabla 5.1

55

Migración en cm de las composiciones de prueba y de los agentes colorantes de referencia			
	Días		
	4	7	11
Carmín, referencia	1	1.8	1.8
Carmín, prueba	0	0	0

[0067] Estos resultados muestran claramente que no se produjo migración con la composición de pigmento natural según la invención, mientras que el producto de referencia con contenido de los pigmentos correspondientes en solución migró en gran medida.

5 Ejemplo 6

Revestimiento de confitería usando jarabes de revestimiento que contienen composiciones de pigmentos naturales

10 [0068] Se preparó un jarabe de revestimiento a partir de 3.5 kg de sacarosa y 1.5 kg de agua mediante mezcla y calentamiento a 80°C bajo agitación con un agitador de propulsión. El jarabe fue enfriado a 50°C y se añadieron al jarabe 270 g de una composición de pigmento natural según la invención conteniendo aproximadamente un 5% de pigmento.

15 [0069] De esta manera se preparó un jarabe de revestimiento coloreado que contenía una composición de pigmento con carmín. La concentración del pigmento natural en el jarabe fue aproximadamente del 0.4% de sustancia seca del jarabe.

[0070] Se utilizaron 4-5 kg de centros confitados con un diámetro de 17 mm y con un revestimiento de azúcar con un contenido de TiO₂ para evaluar la capacidad de coloración del jarabe de revestimiento.

20 [0071] En el experimento se obtuvo un color satisfactorio de los comprimidos resultantes incluso con 3-4 estratos de jarabe coloreado y se obtuvo un color fuerte y oscuro después de 10 estratos de revestimiento.

25 [0072] El experimento ilustra que la composición de pigmento natural se dispersó muy bien sin usar un mezclador de alta velocidad.

[0073] La capacidad de coloración fue alta por el hecho de que se apreció un buen color después de sólo 3-4 estratos, sin la adición de goma arábiga, que es a menudo usada en jarabes de revestimiento para realzar la adherencia del agente de coloración. No se observó coloración de los dientes, boca o manos al ingerir los comprimidos coloreados.

30 Ejemplo 7

Rendimiento a un pH bajo de una composición de carmín usada según la invención (Carmín de prueba)

35 [0074] Un problema que surge con los agentes de coloración conocidos que contienen laca de carmín es que no son adecuados para su uso en productos ácidos puesto que la laca a un pH bajo se disocia en ácido carmínico libre, de manera que el tono del color cambia del rojo carmín al rojo naranja. Además, la degradación de la laca generada a un pH bajo puede incluir una precipitación del ácido carmínico quelado.

40 [0075] El producto del carmín de prueba fue, por tanto, evaluado por su posible estabilidad al ácido añadiéndolo a un medio de bebida refrescante, tal como se describe abajo. Inicialmente se preparó un medio de bebida refrescante concentrada con la composición siguiente:

Sacarosa	430.0 g
Na-benzoato, calidad alimentaria	0.7 g
K-sorbato, calidad alimentaria	0.9 g
Ácido ascórbico	0.1 g
Ácido cítrico monohidrato, calidad alimentaria	8.6 g
Agua desmineralizada	ad 1000.0 g

45 [0076] Posteriormente, el medio concentrado fue diluido 1:4 con agua desmineralizada dando como resultado un medio de bebida refrescante con un pH de 3.0 ± 0.2. Se añadieron 200 partes por millón de la composición del pigmento en la forma preparada en el ejemplo 1 como prueba de muestra al medio de bebida refrescante diluido. Como referencia se usaron concentraciones de pigmentos equivalentes de los agentes de coloración anteriores CO-820-WS-AP (Ejemplo 5), con un contenido de ácido carmínico en propilenoglicol y ácido cítrico, y CC-500-WS, una solución alcalina de carmín.

50 [0077] Tras la adición del carmín de prueba y los agentes colorantes de referencia, el tono del color de la bebida refrescante con el carmín de prueba fue rojo carmín, como se deseaba, mientras que la bebida refrescante con el producto de referencia CO-820-WS-AP se volvió naranja y el producto de referencia CC-500-WS precipitó. No se observó precipitación del ácido carmínico en la muestra del carmín de prueba. Después de 50 días, el tono del color rojo carmín se mantenía en la muestra con el carmín de prueba.

55 [0078] También se observó que la adición de la composición del carmín de prueba daba como resultado una opacidad atractiva (que no se debe a la precipitación) de la bebida refrescante en contraste con la muestra de referencia, la cual permaneció transparente.

Ejemplo 8Rendimiento de las composiciones de pigmento en bebidas refrescantes

[0079] Se añadió un 10% en peso de las composiciones de pigmento de carmín y clorofilina preparadas en los Ejemplos 1 y 4, respectivamente, (carmín de prueba y clorofilina de prueba) como muestras de prueba al medio de bebida refrescante diluido de la forma preparada en el ejemplo 7. Se añadieron los siguientes agentes de coloración con los pigmentos correspondientes al medio de bebida refrescante como muestras de referencia:

CC-500-WS, 5% de carmín en solución alcalina,

C-10,000-WS-AP, clorofilina en polisorbato y propilenoglicol,

Los valores $L^*a^*b^*$ fueron medidos usando un Minolta Tristimulus CT-210 equipado con una lámpara D65 en una cubeta de 1 cm. Las medidas fueron realizadas después de disolver/dispersar los colores y después de su almacenamiento durante 8 semanas con luz y oscuridad, respectivamente. ΔE expresa la diferencia en los parámetros del color. Los resultados se resumen en la siguiente tabla:

Tabla 8.1.

Apariencia del medio de bebida refrescante y parámetros del color después del almacenamiento y exposición a la luz					
	Apariencia			Parámetros del color	
	Inicial	Después de 1 semana	ΔE	Δ ángulo del tono	Condiciones de prueba
Carmín de prueba	Opaca	Opaca	21	2.6	Luz diurna 8 semanas
CC-500-WS Clorofilina de prueba	Transparente Opaca	Precipitado Opaca	60 2.8		1.5 horas en un Suntester CPS 600 W/m ² , Xenon
C-10,000-WS-AP	Transparente	Opaca / precipitado	6.4		

[0080] Estos resultados ilustran que las composiciones usadas según la invención tienen una alta estabilidad en comparación con los agentes de coloración de referencia. Además, las composiciones dispersables en agua confieren al medio de bebida refrescante una apariencia opaca mientras que las muestras de referencia de bebida refrescante permanecen transparentes. Una apariencia opaca de una bebida refrescante es una característica altamente deseable de una bebida refrescante coloreada.

Ejemplo 9Rendimiento a un pH bajo de una composición de norbixina (Norbixina de prueba)

[0081] Se añadió aproximadamente 1 ml de la composición de norbixina obtenida en el ejemplo 3 y una referencia A-320-WS (1.1% de solución acuosa alcalina de annatto) a 100 ml de agua desmineralizada y el medio de bebida refrescante anterior, respectivamente. Se observó lo siguiente:

Tabla 9.1

Rendimiento de la composición de norbixina en la bebida refrescante y el agua desmineralizada		
	Agua desmineralizada	Medio de bebida refrescante
Norbixina de prueba	Opaca	Solución clara naranja /amarillo
A-320-WS	Solución clara amarillo /naranja	Precipitación

[0082] Las cuatro muestras fueron almacenadas a temperatura ambiente en un lugar oscuro durante 15 meses. La muestra de referencia permaneció invariable en la solución de la bebida refrescante mientras que el color desapareció de la muestra de referencia en el agua desmineralizada. La norbixina de prueba permaneció invariable tanto en el medio de la bebida refrescante como en la muestra de agua desmineralizada.

[0083] Lo anterior muestra que con las composiciones usadas en la presente invención también es posible obtener soluciones transparentes con un pH ácido y que éstas son estables en medios ácidos.

Ejemplo 10

Rendimiento de la clorofilina en un concentrado de bebida refrescante

[0084] Se usaron 200 partes por millón de la composición de clorofilina preparada como en el ejemplo 4 como agente de coloración en el medio de bebida refrescante concentrado descrito en el ejemplo 7. Una muestra de referencia fue coloreada usando el color descrito anteriormente C-10,000-WS-AP con la misma concentración de clorofilina.

[0085] Se obtuvieron los siguientes resultados después de 1 y 4 semanas de almacenamiento:

Tabla 10.1

Apariencia del medio de bebida refrescante concentrado		
Agente de coloración	1 semana	4 semanas
Clorofilina de prueba	No formación de anillos	No formación de anillos
C-10,000-WS-AP	Formación de anillos	Formación de anillos

[0086] Los resultados anteriores muestran que, con respecto a la formación de anillos, las composiciones usadas según la invención son mejores que las composiciones hidrosolubles equivalentes.

REIVINDICACIONES

1. Uso de una composición dispersable en agua lista para el uso comprendiendo
 - 5 - una dispersión de un pigmento natural hidrofílico insoluble en agua e insoluble en medio acuoso a un pH neutro o inferior pero soluble en medio acuoso a valores de pH en la gama alcalina;
 - dicho pigmento estando en forma de cuerpos con un tamaño medio de como máximo 10 μm ;
 - dichos cuerpos estando dispersos en ausencia de una sustancia activa en la superficie en una fase acuosa que comprende un hidrocoloide;
 - 10 - la composición conteniendo más de un 10% en peso de agua;
 - en la producción de un producto comestible de manera que la composición se dispersa en una fase acuosa de dicho producto, donde el producto alimenticio consta de múltiples compartimentos separados, de manera que la composición se dispersa en uno o más compartimentos seleccionados, esencialmente no migrando de dichos compartimentos.
 - 15
2. Uso según la reivindicación 1 en el que la fase acuosa del producto comestible tiene un pH de como máximo 7.
3. Uso según la reivindicación 1 en el que el pigmento es seleccionado del grupo consistente en un pigmento de porfirina, carmín, curcumina y un carotenoide.
- 20
4. Uso según la reivindicación 3 en el que el pigmento está en forma de partículas obtenidas por la precipitación del pigmento provocada al acidificar una solución alcalina del pigmento.
5. Uso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 en el que la fase acuosa de la composición dispersable en agua incluye un carbohidrato.
- 25
6. Uso según la reivindicación 1 en el que el hidrocoloide es seleccionado de una proteína, un polisacárido y una goma.
7. Uso según la reivindicación 1 en el que la composición dispersable en agua es en forma de una pasta, un gel o un líquido viscoso.
- 30
8. Uso de una composición dispersable en agua lista para el uso comprendiendo
 - 35 i) una dispersión de un pigmento natural hidrofílico insoluble en medio acuoso a pH neutro o inferior pero soluble en medio acuoso a valores de pH en la gama alcalina;
 - ii) dicho pigmento estando en forma de cuerpos de un tamaño medio de como máximo 10 μm ;
 - iii) dichos cuerpos estando dispersos en ausencia de una sustancia activa en superficie en una fase acuosa que incluye un hidrocoloide;
 - iv) la composición conteniendo más del 10% en peso de agua;
 - 40 en la producción de un producto farmacéutico, donde el producto farmacéutico consta de múltiples compartimentos separados de manera que la composición se dispersa en uno o más compartimentos seleccionados, la composición de un compartimento esencialmente no migrando hacia otros compartimentos.
 - 45
9. Método de preparación de una composición de pigmento dispersable en agua lista para el uso comprendiendo
 - 50 - una dispersión de un pigmento natural insoluble en agua a un pH 7 o inferior pero soluble en soluciones alcalinas;
 - dicho pigmento estando en forma de cuerpos de un tamaño medio de como máximo 10 μm ;
 - dichos cuerpos estando dispersos en ausencia de una sustancia activa en superficie en una fase acuosa que incluye un hidrocoloide; y al menos el 5% en peso de agua;
 - 55 - el pigmento natural estando seleccionado del grupo que consiste en un quelato metálico de carmina, un quelato metálico de curcumina, un pigmento de porfirina y norbixina;
 - la composición, cuando se añade a un producto alimenticio comprendiendo múltiples compartimentos separados, donde la composición se dispersa en uno o más compartimentos seleccionados, esencialmente no migra de dicho(s) compartimento(s) donde se dispersa en otros compartimentos;
 - dicho método comprendiendo

i) la preparación de una solución acuosa alcalina comprendiendo un pigmento natural hidrofílico insoluble en agua,

ii) la preparación de una dispersión o solución acuosa de un hidrocoloide,

iii) la mezcla de una solución acuosa alcalina con la dispersión o solución acuosa de un hidrocoloide y

iv) ajuste del pH a un nivel que provoca que el pigmento precipite para obtener la composición comprendiendo el pigmento en forma de una dispersión de cuerpos de pigmento con un tamaño medio de como máximo 10µm.

10. Método para preparar una composición de pigmento dispersable en agua lista para el uso comprendiendo

- una dispersión de un pigmento natural insoluble en agua a pH 7 o inferior pero soluble en soluciones alcalinas;

- dicho pigmento estando en forma de cuerpos de un tamaño medio de como máximo 10 µm;

- dichos cuerpos estando dispersos en ausencia de una sustancia activa en superficie en una fase acuosa que incluye un hidrocoloide; y al menos el 5% en peso de agua;

- el pigmento natural estando seleccionado del grupo que consiste en un quelato metálico de carmina, un quelato metálico de curcumina, un pigmento de porfirina y norbixina;

- la composición, cuando se añade a un producto alimenticio comprendiendo múltiples compartimentos separados, donde la composición es dispersa en uno o más compartimentos seleccionados, esencialmente no migra de dicho(s) compartimento(s) donde se dispersa en otros compartimentos;

dicho método comprendiendo los pasos de:

i) la preparación de una solución acuosa alcalina comprendiendo un pigmento natural hidrofílico insoluble en agua seguida de la disminución del pH a un nivel que provoca que el pigmento precipite, resultando en una dispersión de pigmento precipitado,

ii) la preparación de una dispersión o solución acuosa de un hidrocoloide,

iii) la mezcla de la dispersión comprendiendo el pigmento precipitado del paso i) y la dispersión o solución del hidrocoloide del paso ii),

para obtener la composición comprendiendo el pigmento en forma de dispersiones de cuerpos de pigmento con un tamaño medio de como máximo 10µm