



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ Número de publicación: **2 330 929**

⑯ Int. Cl.:

A23L 1/27 (2006.01)

A23L 2/00 (2006.01)

A23L 1/275 (2006.01)

⑫

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

⑯ Número de solicitud europea: **02802209 .3**

⑯ Fecha de presentación : **23.10.2002**

⑯ Número de publicación de la solicitud: **1448066**

⑯ Fecha de publicación de la solicitud: **25.08.2004**

⑭ Título: **Procedimiento para la preparación de suspensiones de carotenoides finamente dispersados para uso en alimentación.**

⑯ Prioridad: **23.10.2001 US 999863**

⑯ Titular/es: **Kemin Foods, L.C.**
2100 Maury Street, Box 70
Des Moines, Iowa 50301, US

⑯ Fecha de publicación de la mención BOPI:
17.12.2009

⑯ Inventor/es: **Fullmer, Linda;**
Newman, Anthony;
Stomp, Robert y
Newman, Jerry

⑯ Fecha de la publicación del folleto de la patente:
17.12.2009

⑯ Agente: **Zea Checa, Bernabé**

ES 2 330 929 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

Procedimiento para la preparación de suspensiones de carotenoides finamente dispersados para uso en alimentación.

5 Antecedentes de la invención

Campo de la invención

10 La invención se refiere, en general, a aditivos de productos alimentarios, de bebidas y de productos para el cuidado personal y, más específicamente, a suspensiones de carotenoides finamente dispersados que se usan para suplementar productos alimentarios, bebidas y productos para el cuidado personal con carotenoides, que se usan para colorear alimentos y bebidas, y a un procedimiento para su preparación.

15 Antecedentes de la técnica anterior

Los carotenoides son pigmentos naturales de amarillo a rojo del grupo de los terpenoides que pueden encontrarse en plantas, algas y bacterias. Los carotenoides incluyen hidrocarburos (carotenos) y sus derivados alcohólicos oxigenados (xantofilas). Incluyen el actinioeritrol, astaxantina, bixina, cantaxantina, capsantina, capsorubina, β -8'-apo-carotenal (apo-carotenal), β -12'-apo-carotenal, α -caroteno, β -caroteno, "caroteno" (una mezcla de α - y β -carotenos), γ -caroteno, β -criptoxantina, luteína, licopeno, violeritrina, zeaxantina y ésteres de miembros que contienen hidroxilo o carboxilo de los mismos. Muchos de los carotenoides existen en la naturaleza como formas isoméricas cis y trans, mientras que los compuestos sintéticos a menudo son mezclas racémicas. Los carotenos comúnmente se extraen a partir de materiales vegetales. Por ejemplo, la luteína extraída a partir de pétalos de tagetes se usa ampliamente como ingrediente para pienso de aves de corral en el que añade color a la piel y grasa de las aves y a los huevos producidos por las aves. Muchos de los carotenos también se fabrican sintéticamente; gran parte de los β -carotenos disponibles en el mercado se ha obtenido por medio de síntesis.

30 Los carotenoides se usan en la industria farmacéutica y como ingredientes en suplementos nutricionales, la mayoría de las veces hasta este momento debido a su actividad de pro-vitamina A. Se han estudiado exhaustivamente como antioxidantes para la protección frente a cánceres y otras enfermedades humanas y de animales. Entre los carotenoides de la dieta, el centro ha sido el β -caroteno. Más recientemente, la investigación ha empezado a destacar el amplio papel que juegan otros carotenoides en la salud humana y animal. En particular, se ha demostrado que las xantofilas poseen fuertes capacidades antioxidantes y pueden ser útiles en la reducción del riesgo de enfermedades. Por ejemplo, se ha identificado que el consumo de luteína y zeaxantina conduce a una reducción del 57% en la degeneración macular relacionada con la edad (Seddon *et al.*, 1994. J. Amer. Med. Assoc. 272(18): 1413-1420). El licopeno se ha identificado como un nutriente que es activo para reducir el riesgo de cáncer de próstata.

40 Los carotenoides también han tenido un amplio interés como fuente de color añadido para productos alimentarios y bebidas y se han realizado muchos esfuerzos para intentar usarlos como colorantes "naturales" para productos alimentarios y bebidas. Sin embargo, su insolubilidad en agua, su baja solubilidad en grasas y aceites, sus altos puntos de fusión y su sensibilidad a la oxidación han limitado su uso, particularmente en productos basados en agua tales como bebidas y zumos y en productos a los que se debe añadir agua.

45 Los procedimientos actuales para incorporar carotenoides en bebidas o productos alimentarios basados en agua implican el uso de disolventes orgánicos, aceites con emulsionantes, alto calentamiento o mezcla de alto cizallamiento. Muchos de los procedimientos actuales, particularmente en bebidas, producen un depósito de los carotenoides alrededor del perímetro del recipiente en la región de la superficie del alimento o bebida tratada, conocido como "formación de anillo" ("ringing"). La claridad óptica es una característica crítica de muchas composiciones de bebidas. Diversas bebidas de frutas, zumos de frutas y bebidas acuosas enriquecidas han incluido términos tales como "cristalino" y 50 "puro" para distinguir su imagen y comerciabilidad. Tradicionalmente, esta claridad ha sido difícil de conseguir cuando se añaden carotenoides a estas composiciones acuosas. El uso de emulsionantes y aceite para la incorporación de carotenoides comúnmente producirá turbidez en la composición acuosa final.

55 En la Patente de Estados Unidos N° 3.998.753 se fabrica un producto de carotenoides dispersables formando una solución de carotenoides y un disolvente orgánico volátil y emulsionando la solución con una solución acuosa que contiene lauril sulfato sódico usando mezcla de alta velocidad con alto cizallamiento. El disolvente volátil se retira calentando la emulsión mientras se mantiene la mezcla de alta velocidad con alto cizallamiento.

60 En la Patente de Estados Unidos N° 5.532.009 se prepara una composición de β -caroteno en polvo, soluble en agua, formando inicialmente una solución acuosa de ciclodextrina. La solución se calienta a una temperatura comprendida entre 45 y 95°C. Por separado, se disuelve β -caroteno en un disolvente orgánico para formar una solución supersaturada de β -caroteno. La solución de β -caroteno se añade a la solución de ciclodextrina caliente con agitación rápida. Después del secado, los polvos se añaden a grasas no digeribles, incluyendo poliésteres de ácidos grasos de poliol y ésteres de poliglicerol.

65 En la Patente de Estados Unidos N° 5.607.707 se dispersa un antioxidante en un emulsionante mientras se calienta a 40°C. Después se añade el carotenoide y la temperatura se eleva a un valor comprendido entre 80 y 200°C mientras se agita. Después la mezcla se añade a agua (al menos a 95°C) mientras se agita.

En la Patente de Estados Unidos Nº 5.895.659 se preparan suspensiones de carotenoide disolviendo el carotenoide en un disolvente orgánico volátil miscible con agua a una temperatura comprendida preferiblemente entre 150 y 200°C en menos de 10 segundos, e inmediatamente después mezclando la solución con un medio acuoso a una temperatura de 0 a 90°C. En el disolvente orgánico o en el medio acuoso, o en ambos, está presente un emulsionante.

5 Se describen otros procedimientos para incorporar carotenoides en sistemas basados en agua que implican el uso de disolventes orgánicos, aceites con emulsionantes, mezcla con alto calentamiento o alto cizallamiento, por ejemplo, en los documentos RU 2.148.941 y en las Patentes de Estados Unidos Nº 5.925.684, 3.886.294, 5.437.880, 5.891.907, 10 6.007.856, 6.132.790 y 6.287.615.

10 **Descripción resumida de la invención**

La presente invención implica un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 para la dispersión de carotenoides en sistemas basados en agua, tales como productos alimentarios, bebidas y productos para el cuidado personal. 15 Un producto que contiene carotenoide para añadirse a estos sistemas basados en agua se prepara añadiendo un emulsionante a agua. Puede añadirse una pequeña cantidad de un alcohol de calidad alimentaria para reducir la viscosidad. Puede añadirse un antioxidante para ayudar a prevenir la oxidación del carotenoide. Puede añadirse un agente anti-espumante para reducir la espumación del agua y el emulsionante durante el procesamiento del producto y durante 20 el procesamiento de un producto alimentario o bebida que incorpora el producto. Despues se añade el carotenoide mientras se mezcla. Para formar el producto no se requieren temperaturas elevadas, mezcla de alto cizallamiento o disolventes orgánicos.

En una realización preferida de la invención, los emulsionantes se seleccionan entre emulsionantes catiónicos, aniónicos y no iónicos que tienen un equilibrio hidrófilo/lipófilo (HLB) comprendido entre 12 y 18, y preferiblemente entre 15 y 18. Los ejemplos de emulsionantes adecuados incluyen ésteres de ácidos grasos de sacarosa (SFAE) y ésteres de poliglicol (PGE). Los emulsionantes SFAE y PGE se prefieren también porque tienen muy poco sabor. Los emulsionantes pueden usarse individualmente o en combinación; en particular, ventajosamente pueden usarse emulsionantes que tienen diversos valores de HLB en combinaciones entre sí. La cantidad de emulsionante en la composición se selecciona como una cantidad que variará dependiendo de la forma de carotenoide que se use, su método de preparación y cuánto se incluya. Por ejemplo, una dispersión de luteína en aceite requerirá una mayor concentración de emulsionante o mezcla de emulsionantes para dispersar el aceite y el carotenoide que la cantidad correspondiente de luteína cristalina. La mezcla de agua y emulsionante, en ciertas circunstancias, puede volverse demasiado viscosa como para que pueda procesarse de manera eficaz. En estas circunstancias puede añadirse un alcohol de calidad alimentaria, tal como etanol, para reducir la viscosidad. Se prefiere no usar más de un 4 por ciento en peso de alcohol. 35 En el procesamiento comercial del producto de la presente invención se prefiere en gran medida no incluir el alcohol en la mezcla ya que añade una sustancia inflamable a una mezcla de otra manera no inflamable y, por lo tanto, crea problemas de seguridad que aumentan sustancialmente el coste asociado con la realización del procedimiento. A la mezcla se le puede añadir cualquier agente antiespumante disponible en el mercado adecuado. Los ejemplos de agentes antiespumantes adecuados incluyen Silicona AF-100 FG (Thompson-Flayward Chemical Co.), emulsión 40 antiespumante de silicona "trans" (Trans-Chemco, Inc.) y antiespumante en polvo 1920 (Dow Corning Chemical). La cantidad del agente antiespumante añadido se mantiene en el nivel mínimo necesario para impedir una formación excesiva de espuma durante el procesamiento del producto y, si lo desea el consumidor del producto, prevenir una formación excesiva de espuma durante el procesamiento del alimento o bebida en el que se incorpora el producto. Deben usarse cantidades del agente antiespumante comprendidas entre 1 ppm y hasta 10 ppm en el producto final.

45 Puede desecharse incorporar un antioxidante en la mezcla para ayudar a la prevención de la oxidación del carotenoide con el fin de conservar su color y actividad. Los antioxidantes conocidos para el uso en la estabilización de carotenoides incluyen tocoferoles, extractos de romero, palmitato de ascorbilo, ácido cítrico, ácido ascórbico, BHA y BHT.

50 Los carotenoides adecuados para uso en el producto incluyen actinioeritrol, astaxantina, bixina, cantaxantina, capsantina, β -8'-apo-carotenal (apo-carotenal), β -12'-apo-carotenal, α -caroteno, β -caroteno, "caroteno" (una mezcla de α - y β -carotenos), γ -caroteno, β -criptoxantina, luteína (una xantofila), licopeno, violeritrina, zeaxantina y ésteres de miembros que contienen hidroxilo o carboxilo de los mismos, siempre que el carotenoide no sea un éster de luteína. Preferiblemente, los carotenoides están en forma cristalina. Los ejemplos de carotenoides cristalinos que pueden 55 usarse en la práctica de esta invención incluyen luteína, β -caroteno, β -criptoxantina, α -caroteno, licopeno, astaxantina, cantaxantina y zeaxantina. Los carotenoides pueden incorporarse individualmente o en combinación. Los carotenoides se añaden en una cantidad para crear un producto concentrado que tiene entre un 1 por ciento en peso y un 20 por ciento en peso de carotenoides. Cuando el producto concentrado se añade a un producto alimentario o bebida, los niveles de carotenoide presentes en el producto final están comprendidos entre 0,1 mg y 5 mg por porción, dependiendo del 60 color deseado o el nivel de suplemento de carotenoide, o de ambas cosas. En una bebida, un intervalo preferido está comprendido entre 0,2 mg y 1,5 mg por 0,24 litros (8 oz).

El producto concentrado preparado de acuerdo con la presente invención es una dispersión del carotenoide en la mezcla de agua y emulsionante. El producto concentrado, después de un examen visual, tiene el aspecto de una dispersión de cristales discretos del carotenoide. Un examen microscópico muestra claramente cristales individuales. Despues de la adición del producto concentrado a un alimento o bebida, el carotenoide se dispersa más finamente y ya no se pueden ver los cristales individuales. El producto concentrado, si se desea, puede incorporarse en bebidas para producir una bebida que sea ópticamente transparente. La expresión "ópticamente transparente" se usa para

describir un producto que presenta un valor de transmitancia en porcentaje comprendido entre aproximadamente un 95% y aproximadamente un 100%, determinado a una longitud de onda de 800 nm en una cubeta con una longitud de trayectoria de 1 cm. La claridad óptica de los productos terminados que pueden obtenerse con la presente invención indica que los carotenoides se dispersan finamente como micelas o como microemulsiones. Esta dispersión fina de carotenoides en preparaciones acuosas puede ayudar a promover la captación eficaz de estos materiales por tejidos corporales cuando la composición se presenta en el cuerpo. Además, también se cree que la presencia del emulsionante ayuda a la transferencia eficaz de estas sustancias a través de las membranas celulares. Aunque la presente invención es particularmente adecuada para la producción de productos con transparencia óptica, la presente invención también puede usarse para preparar productos turbios y opacos, especialmente zumos, sopas, salsas y jarabes. La invención 10 también es adecuada para uso como un aditivo para alimentos enriquecidos tales como cereales listos para comer, barritas energéticas y nutritivas y pan.

Las dispersiones de los carotenoides creados por la presente invención, tanto si están en el producto concentrado como si están en la composición terminada, son sustancialmente estables. No se observa la formación del anillo de 15 los carotenoides después del almacenamiento durante más de 7 días a temperaturas reducidas, ambientales y elevadas. La refrigeración y calentamiento repetidos del producto no reveló ningún cambio en sus características físicas. La estabilidad de los productos carotenoides también hace que sean atractivos como colorantes y aditivos para productos para el cuidado personal que tienen una fase acuosa, tales como lociones, emolientes y filtros solares.

20 Los productos preparados de acuerdo con la presente invención son más económicos que otras composiciones que intentan obtener resultados similares, específicamente ya que no se requieren disolventes orgánicos, no se requiere calentamiento, no se requiere una mezcla de alta velocidad o alto cizallamiento, y se requiere una cantidad relativamente pequeña de emulsionantes. Por lo tanto, los productos también son más fáciles de formular y fabricar que los que ya se conocen para la incorporación de carotenoides en bebidas y pueden usarse para proporcionar una mayor gama de 25 productos, particularmente productos con un contenido de grasa reducido y sin grasa.

Es un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para una suspensión de carotenoides finamente dispersados que puede añadirse a alimentos y bebidas.

30 Es otro objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para preparar una suspensión de carotenoides finamente dispersados que evite el uso de disolventes orgánicos, temperaturas elevadas, mezcla de alta velocidad o mezcla de alto cizallamiento.

35 Es otro objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para obtener una suspensión de carotenoides finamente dispersados que sea fisiológicamente aceptable, y su preparación.

Descripción detallada de una realización preferida

40 El procedimiento de acuerdo con la invención se usa para preparar suspensiones de carotenoides finamente dispersados para uso como suplementos de alimentos y bebidas con carotenoides, para uso en la coloración de productos para el cuidado personal, alimentos y bebidas, y a un procedimiento para su preparación.

45 Los ejemplos de carotenoides que pueden usarse de acuerdo con la invención son los representantes disponibles conocidos, naturales o sintéticos, de esta clase de compuestos, por ejemplo actinioeritrol, astaxantina, bixina, cantaxantina, capsantina, capsorubina, 8'-apo-carotenal (apo-carotenal), -12'-apo-carotenal, -caroteno, -caroteno, "caroteno" (una mezcla de - y -carotenos), -caroteno, -criptoxantina, luteína, licopeno, violeritrina, zeaxantina y ésteres de miembros de los mismos que contienen hidroxilo o carboxilo excepto éster de luteína. Los carotenoides preferidos son luteína, -caroteno, -criptoxantina, licopeno, zeaxantina, cantaxantina) y astaxantina.

50 Los emulsionantes que pueden usarse en la presente invención incluyen todos los emulsionantes catiónicos, aniónicos y no iónicos que también son aceptables para la ingestión o aplicación en seres humanos y animales cuando se administran en las cantidades habituales y no producen riesgos. Los emulsionantes que pueden usarse de acuerdo con la invención incluyen lecitina y lisolecitina, ésteres de ácidos grasos de sacarosa y ésteres de poliglicol. En una realización preferida de la invención, se usan ésteres de ácidos grasos de sacarosa (SFAE). Los ésteres de ácidos grasos de sacarosa son los mono-, di- y tri-ésteres de sacarosa con ácidos grasos y proceden de sacarosa y sebo comestible, sebo comestible hidrogenado o aceites vegetales comestibles.

60 El contenido total de mono-, di- y tri-ésteres es mayor del 70%. Los ésteres de sacarosa son de calidad alimentaria, inodoros, no tóxicos e imparten muy poco sabor. También son no irritantes para los ojos y la piel y por lo tanto son adecuados para aplicaciones farmacéuticas y cosméticas. Son ejemplos de SFAE particularmente adecuados para uso estearato de sacarosa, palmitato de sacarosa, miristato de sacarosa y laurato de sacarosa, por ejemplo, los vendidos con los nombres de producto S-1570, P-1570, LWA-1570, M-1695 y L-1695 por Mitsubishi- Kagaku Foods Corporation. También se prefieren ésteres de poliglicol (PGE). Son ejemplos particularmente adecuados para uso SWA-10D, L-7D y L-10D, disponibles en Mitsubishi-Kagaku Foods Corporation.

65 Las cantidades de emulsionante o emulsionantes usadas se seleccionan dentro de un intervalo que produzca una suspensión de carotenoides estable y finamente dispersados. En la forma líquida del producto concentrado, el emulsionante constituye entre un 1 y un 40% en peso, y preferiblemente entre un 20% y un 30%; el carotenoide constituye

entre un 0,1 y un 20% en peso y, preferiblemente, entre un 5 y un 10%; constituyendo el agua el resto de la suspensión. Pueden ser necesarias mayores cantidades del emulsionante si el carotenoide se suministra en una forma que contiene un aceite, aunque en general serán suficientes cantidades menores si los carotenoides se suministran en forma de cristales.

5 Se puede añadir un antioxidante a la mezcla de agua y emulsionante, al producto concentrado y al carotenoide antes de su adición a la mezcla de agua y emulsionante. El antioxidante se usa para aumentar la estabilidad del ingrediente activo frente a la degradación oxidativa. El antioxidante, si se usa, preferiblemente se disuelve junto con los carotenoides en la mezcla de agua y emulsionante. Los ejemplos de antioxidantes que pueden usarse incluyen tocoferoles, 10 extractos de romero, palmitato de ascorbilo, ácido cítrico, ácido ascórbico, BHA y BHT. También pueden usarse otros antioxidantes adecuados. La cantidad de antioxidante a usar depende del antioxidante particular seleccionado y del medio en el que se va a usar la composición de carotenoide. El intervalo de antioxidante es del 0,01 al 0,1 por ciento en peso, con respecto al peso del carotenoide usado en la composición.

15 Los productos carotenoides concentrados de esta invención incluyen del 0,1 al 20 por ciento en peso de carotenoide, con respecto al peso del producto concentrado en forma líquida, y entre un 1 y un 35 por ciento en peso de carotenoide, con respecto al peso del producto concentrado en forma seca.

20 El uso de un agente antiespumante previene la formación de espuma indeseable de la composición durante el procesamiento del producto concentrado y durante la fabricación de los productos alimentarios o bebidas a los que se les ha añadido el producto concentrado. La cantidad de agente antiespumante a usar depende del agente particular seleccionado y de la composición y las condiciones de procesamiento del procesador de alimentos o bebidas que use el producto concentrado. El intervalo de agente antiespumante es de 1 a 10 ppm, con respecto al peso del producto alimentario o bebida terminada.

25 La claridad óptica es una característica crítica de muchas composiciones de bebidas. Diversas bebidas de frutas, zumos de frutas y bebidas acuosas enriquecidas han incluido términos tales como "cristalino" y "puro" para distinguir su imagen y comerciabilidad. Tradicionalmente, esta claridad ha sido difícil de conseguir cuando se añaden carotenoides a estas composiciones acuosas. El uso de emulsionantes y aceite para la incorporación de carotenoides comúnmente producirá turbidez de la composición acuosa final. La presente invención utiliza emulsionantes, preferiblemente ésteres de ácidos grasos de sacarosa (SFAE) y antiespumante para dispersar los carotenoides en bebidas y otros sistemas basados en agua mientras se mantiene su claridad óptica. Para los fines de esta descripción, la claridad óptica se definirá por el valor de transmittancia en porcentaje determinado a una longitud de onda de 800 nm en una cubeta con una longitud de trayectoria de 1 cm.

35 Los procedimientos para incorporar carotenoides en bebidas que se usan actualmente utilizan mezcla de alto cizallamiento, disolventes orgánicos, alto calentamiento o aceite y emulsionantes. La mayoría de las veces el resultado de la incorporación del carotenoide implica la formación de un anillo del carotenoide en el producto terminado. Esta característica es visualmente indeseable y requiere una agitación considerable de la bebida para redistribuir el carotenoide. Muchas veces el anillo se adhiere al vidrio y es difícil, si no imposible, redistribuirlo. La presente invención utiliza emulsionantes, preferiblemente ésteres de ácidos grasos de sacarosa (SFAE) y antiespumante para dispersar los carotenoides en las bebidas y otros sistemas basados en agua, manteniendo al mismo tiempo su estabilidad frente a la formación del anillo.

45 Hay varios factores que pueden afectar a la estabilidad frente a la formación del anillo en composiciones acuosas. Éstos incluyen el nivel de SFAE que se necesita para mantener el carotenoide en la suspensión; el equilibrio hidrófilo/lipófilo (HLB) del SFAE, que puede afectar a la interacción de los carotenoides con la composición acuosa; y el nivel de inclusión de la suspensión de SFAE/carotenoide, que pueden determinar la estabilidad frente a la formación del anillo. La diferencia de composición intrínseca de las bebidas de frutas y el agua enriquecida puede sugerir que 50 tendrán diferencias en estabilidad frente a la formación del anillo. Estos factores se han examinado para determinar si hay niveles preferidos de SFAE y carotenoides que contribuyan a la estabilidad frente a la formación del anillo.

Procedimiento de fabricación

55 Las suspensiones de carotenoides se preparan de acuerdo con la invención disolviendo el emulsionante en una cantidad de agua a temperatura ambiente y mezclando la solución hasta que el emulsionante se haya disuelto en el agua. Si se usan, el alcohol y/o el antioxidante se añaden a la solución de agua y emulsionante. También se añade el agente antiespumante. El orden de adición particular del alcohol, antioxidante y agente antiespumante no es crítico. Después se mezcla el carotenoide en la solución de emulsionante hasta que se dispersa de forma uniforme. El producto concentrado resultante se usa por procesadores de alimentos y bebidas para añadir color o suplementos de carotenoides, o ambas cosas, a sus productos añadiendo el producto concentrado en una etapa apropiada en su procedimiento de fabricación. El producto concentrado es un líquido viscoso que puede administrarse por dispositivos de dosificación de líquidos usados comúnmente por los procesadores de alimentos y bebidas. Como alternativa, el producto concentrado puede secarse para formar un polvo dispersable. Los métodos de secado preferidos incluyen liofilización, secado por aspersión (en inglés "spray drying") y, más preferiblemente, evaporación de película fina horizontal. En los experimentos descritos en el presente documento, las composiciones se secaron hasta que el contenido de humedad total fue menor del 1%.

ES 2 330 929 T3

Los ejemplos que comprenden éster de luteína están fuera de la serie reivindicada.

Ejemplo 1

5 Se examinó la claridad óptica usando composiciones líquidas de SFAE/carotenoide en agua potable y un sistema de bebida modelo. La composición seca de SFAE/carotenoide se usa en un sistema de bebida modelo. Se fabricaron composiciones líquidas de SFAE/carotenoide mezclando lentamente el porcentaje en peso apropiado de SFAE en el agua hasta que se disolvió (Tablas 2-5). En este momento, el carotenoide se mezcló en la mezcla de SFAE/agua hasta que se dispersó uniformemente. La composición seca de SFAE/luteína se preparó retirando el agua de la composición líquida de SFAE/luteína usando un evaporador de película agitada horizontal hasta que la humedad total fue menor del 1%.

10
15 Estas composiciones de SFAE/carotenoide se añadieron a agua potable o al sistema de bebida modelo. La claridad óptica se midió usando un espectrofotómetro UV-visible Hewlett Packard Modelo 8453. El instrumento utilizó agua como blanco para el ensayo de agua y bebida de control para los ensayos de bebida. Una cubeta de cuarzo que tiene una longitud de trayectoria de 1 cm se aclara tres veces con la muestra y después se lee la transmitancia a 800 nm con el espectrofotómetro.

La Tabla 1 proporciona los materiales que se usaron para preparar las composiciones.

20

TABLA 1

Materiales

25	Producto	Fabricante	Nombre Químico	Ingredientes (%)
	L-1695	Mitsubishi	Monolaurato de Sacarosa al 80%	
30	M-1695	Mitsubishi	Monomiristato de Sacarosa al 80%	
35	Luteína Cristalina de Marca FloraGLO®	Kemin Foods, L. C.	Luteína Zeaxantina	
40	Sistema de bebida modelo	Kemin Foods, L. C.		Agua 72,71 HFCS 17,00 Zumo 10,00 Ácido Cítrico 0,250 Ácido Ascórbico 0,040
45	Agua			
50	Licopeno	Sigma	Licopeno	
	β-Caroteno	Sigma	β-Caroteno	
55	Ésteres de Luteína	Bioquimex Reka	Ésteres de Luteína	
	Zeaxantina	Hoffman LaRoche	Zeaxantina	

55

La Luteína Cristalina de Marca FloraGLO® tiene un análisis especificado mayor o igual al 75% de luteína y entre un 2% y un 8% de zeaxantina. Cuando se usa el término "luteína" en los ejemplos, se refiere a luteína procedente de Luteína Cristalina de Marca FloraGLO® y también incluye la zeaxantina presente en la Luteína Cristalina de Marca FloraGLO®.

60

65 La mayor claridad óptica se consiguió con tres composiciones de combinación diferentes de SFAE/luteína. Los datos presentados en la Tabla 2 demuestran que el uso del SFAE L-1 1695 en una relación del 20% con un 5% de luteína, y el uso de M-1695 y L-1695 en una relación del 20% con un 10% de luteína produce el máximo grado de claridad óptica. Estos datos sugieren que hay una relación óptima entre SFAE y luteína en el agua. Si el nivel de SFAE es demasiado elevado, el SFAE produce una mayor reducción de claridad que los mayores niveles de inclusión de luteína. Aunque las diferencias en claridad óptica son pequeñas, estos datos también sugieren que el SFAE L-1695 produce mayor claridad óptica a mayores niveles de luteína que el SFAE M-1695. La Tabla 2 también demuestra que la mayor claridad óptica se consigue a un nivel de luteína de 0,5 mg/porción de agua de 0,24 litros (8 fl oz).

ES 2 330 929 T3

TABLA 2

Claridad Óptica de Agua Usando Composición Líquida de SFAE/Luteína

5

				Composición de Producto Concentrado	
	Muestra	Claridad Óptica (% de Transmitancia a 800 nm)	mg de luteína/porción de 0,24 l (8 oz.)	Éster	% Éster % Luteína
10	W1	95,611	0,5	L-1695	15 1
15	W2	83,435	1,5	L-1695	15 1
20	W3	79,283	3,0	L-1695	15 1
25	W4	91,996	0,5	M-1695	15 1
30	W5	85,879	1,5	M-1695	15 1
35	W6	69,172	3,0	M-1695	15 1
40	W7	94,655	0,5	L-1695	20 1
45	W8	86,424	1,5	L-1695	20 1
50	W9	75,097	3,0	L-1695	20 1
55	W10	85,288	0,5	M-1695	20 1
60	W11	83,017	1,5	M-1695	20 1
65	W12	72,449	3,0	M-1695	20 1
	W13	101,74	0,5	L-1695	25 1
	W14	94,63	1,5	L-1695	25 1
	W15	78,568	3,0	L-1695	25 1
	W16	87,48	0,5	M-1695	25 1
	W17	86,38	1,5	M-1695	25 1
	W18	66,968	3,0	M-1695	25 1
	W19	98,841	0,5	L-1695	30 1
	W20	96,227	1,5	L-1695	30 1
	W21	78,124	3,0	L-1695	30 1
	W22	92,981	0,5	M-1695	30 1
	W23	86,432	1,5	M-1695	30 1
	W24	66,644	3,0	M-1695	30 1
	W25	104,73	0,5	L-1695	20 5
	W26	101,01	1,5	L-1695	20 5
	W27	93,735	3,0	L-1695	20 5
	W28	104,17	0,5	M-1695	20 5
	W29	94,4	1,5	M-1695	20 5
	W30	80,347	3,0	M-1695	20 5
	W31	104,78	0,5	L-1695	20 10
	W32	102,36	1,5	L-1695	20 10
	W33	96,567	3,0	L-1695	20 10
	W34	104,55	0,5	M-1695	20 10
	W35	100,76	1,5	M-1695	20 10
	W36	94,541	3,0	M-1695	20 10

ES 2 330 929 T3

Basándose en los datos obtenidos y presentados en la Tabla 2, se eligió la composición de SFAE/luteína de un 20% de L-1695 con un 5% de luteína todo trans para el secado y el ensayo del sistema de bebida modelo. La viscosidad de la suspensión de M-1695 era alta y supondría un desafío considerable para el secado. También se propuso la teoría de que el éster de ácido graso de sacarosa puede proporcionar alguna protección para la luteína y puede ser ventajosa 5 una mayor relación entre SFAE y luteína. Por los datos de la Tabla 3 puede verse que la claridad óptica óptima (% de transmitancia a 800 nm) se produce en la bebida que contiene 0,5 mg de luteína todo trans/0,24 l (8 fl oz) de bebida. Una comparación de los datos de la Tabla 3 y la Tabla 5 indica que la claridad óptica aumenta ligeramente con el uso de la composición líquida.

10

TABLA 3

Claridad Óptica de Sistema de Bebida Modelo Usando Composición Seca de SFAE/Luteína

Muestra	Claridad Óptica	mg de luteína/porción de 0,24 l (8 oz.)	Composición de Producto Concentrado		
			Éster	% Éster	% Luteína
1	95,098	0,5	L-1695	84	16
2	74,292	3,0	L-1695	84	16
3	58,833	5,0	L-1695	84	16
4	41,258	7,0	L-1695	84	16
5	38,065	8,0	L-1695	84	16
6	24,362	10,0	L-1695	84	16

30

También se examinó la capacidad de incorporar otros carotenoides en la composición de SFAE y los efectos sobre la claridad óptica. La Tabla 4 incluye cuatro carotenoides adicionales y las composiciones de SFAE (L-1695)/carotenoide. De nuevo, el aumento en el nivel de carotenoides crea una reducción en la claridad óptica (% de transmitancia a 800 nm). La claridad óptica óptima para cada carotenoide se consiguió usando el nivel de 0,5 mg, aunque se cree 35 que es posible mejorar la claridad óptica usando diferentes relaciones entre SFAE y carotenoide y/u otros derivados de ésteres de ácidos grasos de sacarosa.

TABLA 4

Claridad Óptica de Agua Usando Composición Líquida de SFAE/Carotenoide

Muestra	Claridad Óptica	mg de carotenoide/porción de 0,24 l (8 oz.) de porción	Composición de Producto Concentrado	
			% Éster	% Carotenoides
luteína	104,73	0,5	20	5
luteína	101,01	1,5	20	5
luteína	93,735	3,0	20	5
zeaxantina	98,213	0,5	20	5
zeaxantina	95,692	1,5	20	5
zeaxantina	94,110	3,0	20	5
ésteres de luteína	97,592	0,5	20	5
ésteres de luteína	94,245	1,5	20	5
ésteres de luteína	91,137	3,0	20	5

luteína				
β -caroteno	96,759	0,5	20	5
	94,275	1,5	20	5
	87,407	3,0	20	5
licopeno	97,989	0,5	20	1
	88,387	1,5	20	1
	72,401	3,0	20	1

El examen final de claridad óptica se realizó usando las diversas composiciones de SFAE (L-1695)/carotenoide en el sistema de bebida modelo. Los datos de la Tabla 5 indican que la claridad óptica (% de transmitancia a 800 nm) es consistentemente mayor para cada carotenoide al nivel de inclusión de 0,5 mg/porción de 0,24 l (8 oz.). Esto se correlaciona con las observaciones previas presentadas en las Tablas 2 a 4.

TABLA 5

Claridad Óptica de Sistema de Bebida Modelo Usando Composición Líquida de SFAE

Muestra	Claridad Óptica	mg de carotenoide/porción de 0,24 l (8 oz.)	Composición de Producto Concentrado	
			% Éster	% Carotenoide
luteína	97,609	0,5	20	5
	83,017	3,0	20	5
zeaxantina	99,102	0,5	20	5
	87,707	3,0	20	5
éster de luteína	99,607	0,5	20	5
	95,000	3,0	20	5
β -caroteno	99,314	0,5	20	5
	89,643	3,0	20	5
licopeno	94,934	0,5	20	1
	50,180	3,0	20	1

El objetivo de este estudio fue determinar la claridad óptica de composiciones acuosas que incluyen una suspensión de SFAE/carotenoide. El máximo nivel de claridad óptica se consigue consistentemente a un nivel de incorporación de carotenoide de 0,5 mg/porción de 0,24 l (8 oz.). A este nivel, la claridad óptica varía del 95% al 100%. Según aumenta el nivel de carotenoide, se reduce la claridad óptica. Los resultados preliminares sugieren que la claridad óptica puede ser ligeramente mayor cuando se añade al agua o bebida la composición líquida de SFAE/ carotenoide, en comparación con la composición de SFAE/carotenoide seca. Sin embargo, basándose en los descubrimientos de que puede conseguirse una claridad óptica del 95-100% usando varias relaciones diferentes de SFAE/carotenoide, la composición seca puede mejorarse adicionalmente con la optimización de las relaciones.

Ejemplo 2

El objetivo de este experimento fue determinar la estabilidad de una suspensión de ésteres de ácidos grasos de sacarosa/carotenoide en composiciones acuosas. Para los fines de este análisis, la estabilidad se definirá como la resistencia a producir un depósito del carotenoide alrededor del perímetro del recipiente en la región de la superficie de la bebida (formación de anillo).

Los procedimientos para incorporar carotenoides en bebidas que se usan actualmente utilizan mezcla de alto cizallamiento, disolventes orgánicos, alto calentamiento o aceite y emulsionantes. La mayoría de las veces, el resultado de la incorporación del carotenoide implica la formación de un anillo del carotenoide en el producto terminado. Esta característica es indeseable visualmente y requiere una agitación considerable de la bebida para redistribuir el caroteno-

ES 2 330 929 T3

de. Muchas veces el anillo se adhiere al plástico o vidrio y se vuelve difícil, si no imposible, su redistribución. La presente invención utiliza ésteres de ácidos grasos de sacarosa (SFAE) y antiespumante para dispersar carotenoides en bebidas y otros sistemas basados en agua, manteniendo al mismo tiempo su estabilidad frente a la formación del anillo.

5 Hay varios factores que pueden afectar a la estabilidad frente a la formación del anillo en composiciones acuosas. Es posible que sea necesario un nivel óptimo de SFAE para mantener el carotenoide en la suspensión. El equilibrio hidrófilo/lipófilo (HLB) del SFAE puede afectar a la interacción de los carotenoides con la composición acuosa. Además, el nivel de inclusión de la suspensión de SFAE/carotenoide puede determinar la estabilidad frente a la formación del anillo. La diferencia de composición intrínseca de las bebidas de fruta y el agua enriquecida también sugeriría que 10 debería realizarse un examen de la estabilidad frente a la formación del anillo en agua así como en la preparación de bebida. Estos factores se han examinado para determinar si hay niveles óptimos de SFAE y carotenoides que contribuyan a la estabilidad frente a la formación del anillo. Los materiales usados son los presentados en la Tabla 1. La estabilidad frente a la formación del anillo se examinó usando composiciones líquidas de SFAE/carotenoide en agua potable y un sistema de bebida modelo. La composición seca de SFAE/carotenoide se usó en un sistema de bebida modelo.

15 Se fabricaron composiciones líquidas de SFAE/carotenoide mezclando lentamente el porcentaje en peso apropiado de SFAE en el agua hasta que se disolvió (Tabla 6). En este punto, el carotenoide se mezcló en la mezcla de SFAE/agua hasta que se dispersó uniformemente. La composición seca de SFAE/luteína se preparó retirando el agua de la composición líquida de SFAE/luteína usando un evaporador de película agitada horizontal hasta que la humedad total fue 20 menor del 1%. Estas composiciones de SFAE/carotenoides se añadieron a agua potable o al sistema de bebida modelo. Se realizaron observaciones visuales de estabilidad frente a la formación del anillo después de dejar las muestras en reposo durante 1 semana a 4°C, a temperatura ambiente y a 40°C.

TABLA 6

Composiciones de Suspensiones de SFAE/Carotenoide

Muestr a	% SFAE	% SFAE	Carotenoide	Carotenoide
1	M-1695	20	1	Luteína
2	M-1695	30	1	Luteína
3	M-1695	20	3	Luteína
4	M-1695	30	3	Luteína
5	M-1695	20	5	Luteína
6	M-1695	30	5	Luteína
7	M-1695	20	7	Luteína
8	L-1695	20	1	Luteína
9	M-1695	20	1	Luteína
10	L-1695	20	1	Luteína
11	L-1695	20	1	Luteína
12	L-1695	20	5	Luteína
13	L-1695	20	7	Luteína
14	L-1695	20	10	Luteína
15	M-1695	20	10	Luteína
16	M-1695	25	1	Luteína
17	M-1695	15	1	Luteína
18	L-1695	25	1	Luteína
19	L-1695	30	1	Luteína
20	L-1695	50	2	Luteína
21	L-1695	20	5	Zeaxantina
23	L-1695	20	5	β-caroteno
24	L-1695	20	5	Ésteres de luteína
25	L-1695	20	5	Licopeno
26	L-1695	20	1	Licopeno

ES 2 330 929 T3

La Tabla 7 muestra que se produjo sedimentación después de 2-3 días en todas las muestras de agua. La simple agitación de los recipientes tuvo como resultado una redistribución instantánea de la suspensión de SFAE/luteína y, de nuevo, se necesitaron 2-3 días antes de que se produjera la sedimentación. No se produjo formación del anillo durante el período de una semana en ninguna de las muestras de agua. Es común que los cristales de luteína purificados floten en la parte superior (anillo) cuando se añaden al agua. Se observó el efecto opuesto en las muestras de agua que contenían la suspensión de SFAE/luteína. Esto puede sugerir que los ésteres de ácidos grasos de sacarosa hacían que la luteína no precipitara. La relación entre SFAE y luteína se ajustó a un 20% de SFAE y un 5% de luteína con la intención de reducir la sedimentación. Esta relación produjo una cantidad mínima de sedimentación en la muestra de agua que contenía 0,5 mg de luteína/porción de 0,24 l (8 oz.).

Se observó formación del anillo en las muestras que incorporaban ésteres de luteína. Esto puede deberse a diferencias estructurales entre los carotenoides esterificados y no esterificados. También se observó que, aunque las partículas sedimentadas eran de naturaleza muy fina, las partículas en flotación (formación del anillo) aparecían como aglomerados de mayor tamaño e irregulares. Estas diferencias pueden corregirse usando una relación diferente de SFAE/carotenoide, un derivado de SFAE diferente o un SFAE con un valor de HLB diferente.

TABLA 7

Suspensiones de SFA/Carotenoides en Agua

	Muestra	mg Carotenoide/Porción	Composición de Producto Concentrado		Carotenoide	Formación de anillo	Sedimentación
			% SFAE	% Carotenoide			
25	W1	0,5	L-1695	15	1	Luteína	X
	W2	1,5	L-1695	15	1	Luteína	X
	W3	3,0	L-1695	15	1	Luteína	X
30	W4	0,5	M-1695	15	1	Luteína	X
	W5	1,5	M-1695	15	1	Luteína	X
	W6	3,0	M-1695	15	1	Luteína	X
35	W7	0,5	L-1695	20	1	Luteína	X
	W8	1,5	L-1695	20	1	Luteína	X
	W9	3,0	L-1695	20	1	Luteína	X
40	W10	0,5	M-1695	20	1	Luteína	X
	W11	1,5	M-1695	20	1	Luteína	X
	W12	3,0	M-1695	20	1	Luteína	X
45	W13	0,5	L-1695	25	1	Luteína	X
	W14	1,5	L-1695	25	1	Luteína	X
	W15	3,0	L-1695	25	1	Luteína	X
50	W16	0,5	M-1695	25	1	Luteína	X
	W17	1,5	M-1695	25	1	Luteína	X
	W18	3,0	M-1695	25	1	Luteína	X
55	W19	0,5	L-1695	30	1	Luteína	X
	W20	1,5	L-1695	30	1	Luteína	X
	W21	3,0	L-1695	30	1	Luteína	X
60	W22	0,5	M-1695	30	1	Luteína	X
	W23	1,5	M-1695	30	1	Luteína	X
	W24	3,0	M-1695	30	1	Luteína	X
65	W25	0,5	L-1695	20	5	Luteína	mínima X
	W26	1,5	L-1695	20	5	Luteína	X
	W27	3,0	L-1695	20	5	Luteína	X

ES 2 330 929 T3

5	W28 W29 W30	0,5 1,5 3,0	M-1695 M-1695 M-1695	20 20 20	5 5 5	Luteína Luteína Luteína		X X X
	W31 W32 W33	0,5 1,5 3,0	L-1695 L-1695 L-1695	20 20 20	10 10 10	Luteína Luteína Luteína		X X X
	W34 W35 W36	0,5 1,5 3,0	M-1695 M-1695 M-1695	20 20 20	10 10 10	Luteína Luteína Luteína		X X X
10	1 2 3	0,5 1,5 3,0	L-1695 L-1695 L-1695	20 20 20	5 5 5	β -caroteno β -caroteno β -caroteno		X X X
	4 5 6	0,5 1,5 3,0	L-1695 L-1695 L-1695	20 20 20	5 5 5	zeaxantina zeaxantina zeaxantina		X X X
	7 8 9	0,5 1,5 3,0	L-1695 L-1695 L-1695	20 20 20	5 5 5	Ésteres luteína Ésteres luteína Ésteres luteína		X X X
15	10 11 12	0,5 1,5 3,0	L-1695 L-1695 L-1695	20 20 20	1 1 1	Licopeno Licopeno Licopeno		X X X
	X Se observaron partículas individuales pequeñas en el perímetro superior de la bebida (formación de anillo) o en la parte inferior del recipiente (sedimentación)							
	XX Se observaron partículas grandes individuales en el perímetro superior de la bebida							

Los resultados de la Tabla 8 muestran que no se observó formación de anillo en el sistema de bebida modelo cuando se incorporaron 0,5 en una porción de 0,24 l (8 fl. oz.) excepto con el uso de la suspensión líquida de SFAE/luteína. Esto sugiere que el procedimiento de secado puede contribuir a la estabilidad frente a la formación del anillo. Se observó formación del anillo en el caso de los 3 mg de luteína/porción de 0,24 l (8 fl. oz.), independientemente de si se usó el producto seco o líquido; sin embargo, la bebida que incorporaba el producto seco tenía menos formación de anillo y retenía más color, mientras que la bebida que incorporaba el producto líquido tenía un color más claro, con un anillo muy visible en el perímetro superior de la bebida. Estos resultados indican además que el procedimiento de secado puede estar implicado en el aumento de la estabilidad frente a la formación del anillo.

Cuando se usaron cargas útiles por encima de 3 mg de luteína/porción de 0,24 l (8 fl. oz.) en la bebida, se observaron inconsistencias en la aparición del anillo y en la sedimentación. Es necesario realizar más ensayos para determinar la carga útil de luteína estable máxima en una bebida usando la composición seca actual de SFAE/ luteína.

Las bebidas que incorporaban 3 mg de carotenoide/porción de 0,24 l (8 fl. oz.) mostraron formación de anillo, excepto en el caso del 20% de SFAE/1% de licopeno. Esta bebida mostró una cantidad considerable de sedimentación. Las bebidas con carotenoides al nivel de 0,5 mg/porción (con la excepción de los ésteres de luteína) no mostraron formación de anillo ni sedimentación. De forma consistente con el ejemplo de agua, la formación de anillo observada en las muestras de bebida con ésteres de luteína contenía grandes aglomerados en lugar de partículas finas.

ES 2 330 929 T3

TABLA 8

Sistema de Bebida Modelo Usando Composiciones de SFAE/Luteína

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Muestra	mg Carotenoide /Porción	SFAE	% SFAE	% Carotenoide	Carotenoide	Forma de Producto Segura	Formación de Anillo	Sedimentación
1	0,5	L-1695	84	16	luteína	seca		
2	3	L-1695	84	16	luteína	seca	X	
3	5	L-1695	84	16	luteína	seca	X	X
4	7	L-1695	84	16	luteína	seca		
5	8	L-1695	84	16	luteína	seca	X	X
6	10	L-1695	84	16	luteína	seca		X
7	0,5	L-1695	20	5	luteína	líquida	X	
8	3	L-1695	20	5	luteína	líquida	X	
9	0,5	L-1695	20	5	zeaxantina	líquida		
10	3	L-1695	20	5	zeaxantina	líquida	X	
11	0,5	L-1695	20	5	ésteres de luteína	líquida	XX	
12	3	L-1695	20	5	ésteres de luteína	líquida	XX	
13	0,5	L-1695	20	5	-caroteno	líquida		
14	3	L-1695	20	5	-caroteno	líquida	X	
15	0,5	L-1695	20	5	licopeno	líquida	X	X
16	3	L-1695	20	5	licopeno	líquida	X	X
17	0,5	L-1695	20	1	licopeno	líquida		
18	3	L-1695	20	1	licopeno	líquida		X
X Se observaron pequeñas partículas individuales en el perímetro superior de la bebida o en la parte inferior del recipiente								
XX Se observaron partículas individuales grandes en el perímetro superior de la bebida								

ES 2 330 929 T3

Ejemplo 3

Este ejemplo está fuera de la serie reivindicada.

- 5 Se realizaron experimentos para evaluar la estabilidad de carotenoides añadidos a composiciones de loción para la piel contra la sedimentación y la formación del anillo, y para evaluar la estabilidad del color de las composiciones de loción debida a la adición de los carotenoides. Se fabricaron composiciones de loción usando las fases de ingrediente de la Tabla 9.

10

TABLA 9

Ingredientes Usados en las Composiciones de Loción

15

Fase	Materiales	% en peso
A.	Éster (Tego Care 450, Goldschmidt)	2,00
	Estearato de Octilo (Tegosoft OS, Goldschmidt)	4,50
	Palmitato de Octilo (Tegosoft OP, Goldschmidt)	3,50
	Triglicérido Caprílico/cáprico (Tegosoft CT, Goldschmidt)	4,00
	Polisiloxano modificado con poliéter (Abil B-8863, Goldschmidt)	0,50
	Cetil Dimeticona (Abil Wax 9801, Goldschmidt)	0,50
B.	Glicerina	3,00
	Agua (aqua)	Variable
C.	Carbómero 941	0,20
D.	Palmitato de Octilo (Tegosoft OP, Goldschmidt)	0,80
E.	Lactato Sódico; PC Sódico; Urea; Fructosa; Glicina; Inositol;	0,45
	Benzoato sódico; y Ácido Láctico (Lactil, Goldschmidt)	0,40
	Hidróxido sódico, solución al 10%	
F.	Aroma (perfume), conservantes	0,60
G.	Éster de Sacarosa de Luteína	Variable

50

Los contenidos de todas las formulaciones de loción son consistentes, con la excepción de la cantidad y porcentaje de agua usada, que depende de la cantidad de éster de sacarosa añadida. Esta cantidad variaba debido al contenido de luteína en los diversos ésteres de sacarosa. Entonces, la cantidad de éster de sacarosa añadida a la formulación de loción se resta de la cantidad de agua. A continuación se proporcionan formulaciones de loción que se han fabricado y las cantidades de éster de sacarosa y agua que se han añadido a la formulación.

55

60

65

ES 2 330 929 T3

TABLA 10
Composiciones de Fórmula de Loción

Luteína (Parte por Millón)	Descripción de la Muestra	Gramos de Agua Añadida	Porcentaje de Agua Añadida	Gramos de Éster de Sacarosa Añadido	Porcentaje de Ester de Sacarosa Añadido
1) 50 ppm	20% de éster de sacarosa L-1695 y 7% de Luteína	198,696	79,479	0,1787	0,005
2) 50 ppm	20% de éster de sacarosa L-1695 y 15,75% de Luteína, Producto seco	198,796	79,512	0,0793	0,005
3) 150 ppm	20% de éster de sacarosa L-1695 y 15,75% de Luteína, Producto seco	198,637	79,455	0,238	0,015
4) 150 ppm	20% de éster de sacarosa L-1695 y 7% de Luteína	198,339	79,336	0,5357	0,015
5) 150 ppm	20% de éster de sacarosa L-1695 y 7% de Luteína	195,125	78,05	3,75	0,015

Las composiciones de loción de la Tabla 10 se prepararon usando el siguiente método. La fase G se disolvió en la fase B. Después, la mezcla se homogeneizó durante 1 minuto a un potencia de 5 usando el Homogeneizador Polytron fabricado por Kinematica. Después, la fase A y la fase B se calentaron a 80°C en recipientes separados. A continuación se añadió la fase B a la fase A sin agitación. Después se añadieron las fases C y D al mezclador, que posteriormente se homogeneizó durante 1 minuto a la potencia 5. Mientras se agitaba de forma constante, la mezcla se enfrió a una temperatura comprendida entre 35 y 40°C, momento en el que se añadieron las fases E y F. Esta mezcla final después se agitó hasta que apareció viscosidad.

Se realizó colorimetría en algunas de las lociones a diferentes puntos de tiempo de estabilidad. Los resultados de estos estudios se muestran en la Tabla 11. Para describir la diferencia observada en las lociones, se determinan cuatro valores diferentes:

- 1) L*= Un aumento en este número significa que la loción se está volviendo más oscura y, por el contrario, una reducción en este número indica que la loción se está volviendo más clara.
- 2) A*= Un aumento en este número significa que la loción se está volviendo más roja y, por el contrario, una reducción en este número significa que la loción se está volviendo más verde.
- 3) B*= Un aumento en este número significa que la loción se está volviendo más amarilla y, por el contrario, una reducción en este número significa que la loción se está volviendo más azul.
- 4) Valor total = Este número se usa como un valor calculado total para permitir comparaciones entre lociones.

ES 2 330 929 T3

TABLA 11

Datos de Colorimetría en Composiciones Recién Preparadas y Envejecidas

Loción - 50 ppm de éster de sacarosa seco y luteína al 15,75%						
	Día	L*	A*	B*	Valor Total	Almacenamiento
5	1	88,57	5,87	64,45	91,23	Lectura Inicial
Loción - 50 ppm de SE-L 1695 al 20% y luteína al 7%						
10	Día	L*	A*	B*	Valor Total	Almacenamiento
10	1	88,24	5,41	59,47	87,06	Lectura Inicial
15						
20	12	87,4	5,68	64	91,3	40 grados
25						
30	13	88,57	5,3	59,78	87,06	Temperatura ambiente
35	Loción - 150 ppm de SE-M1695 al 20% y luteína al 1%					
40	Día	L*	A*	B*	Valor Total	Almacenamiento
40	1	84,06	9,02	56,71	90,32	Lectura Inicial
45	Loción -150 ppm de SE-L1695 al 20% y luteína al 7%					
50	Día	L*	A*	B*	Valor Total	Almacenamiento
50	1	86,3	8,94	48,21	81,07	Lectura Inicial
55						
55	19	85,45	8,35	62,2	93,3	40 grados
60	20	87,76	7,9	48,74	79,75	Temperatura ambiente
65	Loción - 150 ppm de éster de sacarosa seca al 15,75% y luteína					
65	Fecha	L*	A*	B*	Valor Total	Almacenamiento
65	1	84,29	12,08	74,89	106,08	Lectura Inicial

ES 2 330 929 T3

Los datos de colorimetría en la Tabla 11 demuestran que la combinación de éster de sacarosa y luteína mantenida a temperatura ambiente y las mantenidas en condiciones aceleradas producen formulaciones estables en cuanto al color.

5 También se ensayaron las composiciones de loción con respecto a la estabilidad del contenido de carotenoide a lo largo del tiempo. Los datos de estabilidad se muestran en la Tabla 12 para cada loción después de que se produjera y demuestran que la combinación de éster de sacarosa y luteína de la presente invención es estable para condiciones de formulación típicas.

TABLA 12

Estabilidad del Contenido de Carotenoide a lo Largo del Tiempo

ABML - 50 ppm de Éster de Sacarosa Seco y Luteína al 15,75%								
	Nombre de Muestra	Masa (g)	UV-Vis (446 nm)	% de Carotenoide Total	% Medio de TC	Área de HPLC	% de Luteína	
10	Muestra 1	4,88	0,24754	0,004973	0,005135	89,9924	0,004475	
15	Muestra 2	4,95	0,26989	0,005345		88,0693	0,004708	
20	Muestra 3	5,05	0,26203	0,005087		89,9199	0,004574	
25								
30	ABML – 50 ppm de Ésteres de Sacarosa - L-1695 al 20% con Luteína al 7%							
35		Nombre de Muestra	Masa (g)	UV-Vis (446 nm)	% de Carotenoide Total	% Medio de TC	Área de HPLC	% de Luteína
40	Muestra 1	2,99	0,09234	0,006055	0,006332	90,5867	0,005485	
45	Muestra 2	3	3 0,0952	0,006224		81,9279	0,005099	
50	Muestra 3	3,04	0,09435	0,006086		83,0116	0,005052	
55	Muestra 4	3,04	0,10797	0,006964		79,7213	0,005552	
60								
65	ABML – 150 ppm de Éster de Sacarosa Seco y Luteína al 15,75%							
	Nombre de Muestra	Masa (g)	UV-Vis (446 nm)	% de Carotenoide Total	% Medio de TC	Área de HPLC	% de Luteína	
Muestra 1	4,99	0,6773	0,013307	0,014069	86,6512	0,011531	0,012104	
Muestra 2	5,03	0,54639	0,01065		86,2817	0,009189		
Muestra 3	5,12	0,77463	0,014833		83,5663	0,012395		
Muestra 4	4,99	0,89008	0,017488		87,4938	0,0153		
ABML - 150 ppm de Ésteres de Sacarosa - L-1695 al 20% y Luteína al 7%								
	Nombre de Muestra	Masa (g)	UV-Vis (446 nm)	% de Carotenoide Total	% Medio de TC	Área de HPLC	% de Luteína	
Muestra 1	3,07	0,1591	0,015242	0,015392	90,1081	0,013735	0,01384	
Muestra 2	3,14	0,16272	0,015242		89,6568	0,013665		
Muestra 3	3,1	0,1654	0,015693		89,9844	0,014121		
ABML - 150 ppm de Ésteres de Sacarosa - M-1695 al 20% y Luteína al 1%								

Nombre de Muestra	Masa (g)	UV-Vis (446 nm)	% de Carotenoide Total	% Medio de TC	Área de HPLC	% de Luteína	Porcentaje Medio de Luteína
Muestra 1	3,21	0,14406	0,0132	0,013378	89,7516	0,011847	0,012003
Muestra 2	3,23	0,14709	0,013394		89,6658	0,01201	
Muestra 3	3,33	0,1533	0,01354		89,7505	0,012152	

La descripción anterior comprende realizaciones ilustrativas de la presente invención.

Referencias citadas en la descripción

Esta lista de referencias citadas por el solicitante únicamente es para comodidad del lector. Dicha lista no forma parte del documento de patente europea. Aunque se ha tenido gran cuidado en la recopilación de las referencias, no se pueden excluir errores u omisiones y la EPO rechaza toda responsabilidad a este respecto.

Documentos de patentes citados en la descripción

- US3998753 A [0006]
- 5532009 A [0007]
- 5607707 A [0008]
- 5895659 A [0009]
- RU 2148941 [0010]
- US 3886294 A [0010]
- US 5437880 A [0010]
- 5891907 A [0010]
- 6007856 A [0010]
- 6132790 A [0010]
- US 6287615 B [0010]

Bibliografía no relativa a patentes citada en la descripción

- Seddon *et al. J. Amer. Med. Assoc.*, 1994, vol 272 (18), 1413-1420 [0003]

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la preparación de una composición estable de carotenoides finamente dispersos en un medio
 acuoso para uso en alimentos y bebidas para animales y seres humanos, que comprende las etapas de:
- 10 (a) añadir entre un 1 y un 40 por ciento en peso de un emulsionante que tiene un valor de HLB comprendido
 entre 12 y 18 a un medio acuoso a temperatura ambiente;
 y
15 (b) dispersar en el medio acuoso sin calentamiento un ingrediente que contiene carotenoides en una cantidad
 comprendida entre un 0,1 y un 20 por ciento en peso, con la condición de que el carotenoide no sea un éster
 de luteína.
- 15 2. Procedimiento según se define en la reivindicación 1, donde el emulsionante se selecciona del grupo que consiste
 en lecitina y isolecitina, ésteres de ácidos grasos de sacarosa y ésteres de poliglicol.
- 20 3. Procedimiento según se define en la reivindicación 1 o en la reivindicación 2, donde el ingrediente que con-
 tiene carotenoide incluye un carotenoide seleccionado del grupo que consiste en actinioeritrol, astaxantina, bixina,
 cantaxantina, capsantina, capsorubina, β -8'-apocarotenal (apocarotenal), β -12'-apocarotenal, α -caroteno, β -caroteno,
 una mezcla de α - y β -carotenos, γ -caroteno, β -criptoxantina, luteína, licopeno, violeritrina, zeaxantina y ésteres de
 miembros que contienen hidroxilo o carboxilo de los mismos, con la condición de que el carotenoide no sea un éster
 de luteína.
- 25 4. Procedimiento según se define en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde el carotenoide se añade en una
 cantidad comprendida entre un 0,1 y un 1,0 por ciento en peso.
- 30 5. Procedimiento según se define en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además la etapa
 de añadir un agente antiespumante a la dispersión, en una cantidad comprendida entre un 0,01 y 0,1 por ciento en
 peso.
- 35 6. Procedimiento según se define en la reivindicación 5, donde el agente antiespumante se selecciona del grupo
 que consiste en agentes antiespumantes basados en silicona, incluyendo polidimetilsiloxano.
- 40 7. Procedimiento según se define en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además la etapa
 de añadir un antioxidante.
- 45 8. Procedimiento según se define en la reivindicación 7, donde el antioxidante se selecciona del grupo que consiste
 en tocoferoles, extractos de romero, palmitato de ascorbilo, ácido cítrico, ácido ascórbico, BHA y BHT.
- 50 9. Procedimiento según se define en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además la etapa
 de añadir un alcohol en una cantidad comprendida entre un 0 y un 4 por ciento en peso para reducir la viscosidad de la
 dispersión.
- 55 10. Procedimiento según se define en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además la etapa
 de secar la composición para formar un polvo.
- 60 11. Procedimiento según se define en la reivindicación 10, donde la etapa de secado se selecciona del grupo que
 consiste en liofilización, secado por aspersión y evaporación de película fina horizontal.

55

60

65