



* B R P I O 7 2 0 1 6 4 B 1 *

República Federativa do Brasil

Ministério do Desenvolvimento, Indústria,
Comércio e Serviços

Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0720164-8 B1

(22) Data do Depósito: 13/12/2007

(45) Data de Concessão: 30/04/2024

(54) Título: COMPOSIÇÕES PARTICULADAS COMPREENDENDO MICROPARTÍCULAS DE LACTATO DE CÁLCIO E CITRATO DE CÁLCIO, SEUS PROCESSOS DE PRODUÇÃO, USOS DAS MESMAS E PRODUTOS ALIMENTARES

(51) Int.Cl.: A23L 2/52; A23L 2/02; A23L 33/16; A23P 10/40.

(52) CPC: A23L 2/52; A23L 2/02; A23L 33/16; A23P 10/40.

(30) Prioridade Unionista: 14/12/2006 EP 06 126076.6.

(73) Titular(es): PURAC BIOCHEM B.V..

(72) Inventor(es): DIDERIK REINDER KREMER; JILDERT EELKE VISSER; MARCUS JOHANNES ANTHONIUS WILHELMUS VORAGE.

(86) Pedido PCT: PCT EP2007063865 de 13/12/2007

(87) Publicação PCT: WO 2008/071757 de 19/06/2008

(85) Data do Início da Fase Nacional: 09/06/2009

(57) Resumo: COMPOSIÇÃO PARTICULADA COMPREENDENDO MICROPARTÍCULAS DE LACTATO DE CÁLCIO E CITRATO DE CÁLCIO. A presente invenção refere-se a uma composição particulada que compreende micropartículas de lactato de cálcio e citrato de cálcio tendo um diâmetro médio de 0,1 μm , em que a composição é na forma de partículas com um diâmetro médio de 25 μm a 1 mm, em que a razão em peso de lactato de cálcio para citrato de cálcio, com base no peso seco, é de 80 : 20 a 30 : 70, e em que o lactato de cálcio é um agente de aglomeração não-polimérico para as micropartículas de citrato de cálcio. A invenção se refere ainda a um processo para produção da composição particulada, em que uma solução aquosa de lactato de cálcio compreendendo micropartículas de citrato de cálcio é secada por pulverização até a composição particulada, ao uso da composição particulada como acentuador de cálcio e a produtos alimentares.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para
**"COMPOSIÇÕES PARTICULADAS COMPREENDENDO
MICROPARTÍCULAS DE LACTATO DE CÁLCIO E CITRATO DE
CÁLCIO, SEUS PROCESSOS DE PRODUÇÃO, USOS DAS MESMAS
E PRODUTOS ALIMENTARES".**

[001] A presente invenção refere-se a uma composição particulada que compreende micropartículas de lactato de cálcio e citrato de cálcio. A invenção se refere ainda a um processo para produzir tal composição particulada, ao uso de tal composição em alimentos e bebidas, e a produtos alimentares.

[002] Composições contendo cálcio são comumente usadas em alimentos e bebidas para aumentar o teor de cálcio.

[003] WO 01/22838 da Nestlé descreve um complexo de lactato – citrato de cálcio metastável formado através da interação de uma fonte de cálcio alcalino, tal como hidróxido de cálcio, óxido de cálcio ou carbonato de cálcio, com uma mistura de ácidos láctico e cítrico. A mistura é usada para fortificar bebidas. Nos exemplos, o complexo é proporcionado na forma de uma solução clara.

[004] US 5,186,965 descreve uma composição particulada que é um sal de malato citrato de cálcio metastável. A composição pode ser obtida através da adição de um sal de cálcio a uma composição aquosa de ácido cítrico e ácido málico, e secagem da mistura da reação, opcionalmente seguida por moagem até um tamanho de partícula abaixo de 1 micrón.

[005] US 5,075,499 descreve um complexo de citrato – lactato de dicálcio que é produzido através da mistura de ácido cítrico com um composto de cálcio, adição de ácido láctico à mistura, combinação da mistura para proporcionar um hidrato e secagem do hidrato. Estas composições são usadas como suplemento dietético de cálcio, porém não são adequadas para uso em alimentos e bebidas.

[006] WO 94/08471 descreve uma composição edulcorante líquida clara, que compreende malato citrato de cálcio concentrado. Cálcio adicional pode ser adicionado ao sistema usando lactato de cálcio.

[007] WO 99/51114 descreve um complexo de lactato - citrato de cálcio metastável formado através da interação de uma fonte de cálcio alcalino, tal como hidróxido de cálcio, óxido de cálcio ou carbonato de cálcio, com uma mistura de ácidos láctico e cítrico. A mistura é usada para fortificar bebidas. Nos exemplos, o complexo é proporcionado na forma de uma solução clara.

[008] EP 781756 descreve um método para produzir uma preparação de malato citrato de cálcio refrigerada ou congelada concentrada solúvel. Ácido láctico pode ser usado como uma fonte de cálcio.

[009] US 2006/0121158 descreve uma bebida para gerenciamento de peso que pode conter uma fonte de cálcio, que pode ser um citrato lactato de cálcio. A composição de bebida pode ser proporcionada em forma seca.

[0010] EP 875153 descreve um complexo formado de um sal de cálcio solúvel, de preferência um lactato de cálcio, e um citrato de metal alcalino, de preferência citrato de potássio. Acredita-se que o produto é um complexo de lactato – citrato de cálcio ou um complexo de citrato – lactato de cálcio. O complexo é na forma de uma solução clara.

[0011] EP 394453 descreve uma composição para melhorar a qualidade de pasta de peixe que compreende bicarbonato de cálcio, citrato de cálcio e lactato de cálcio.

[0012] F. Oneda *et al* (Powder Technology 10 (2003) 377 a 384) descreve composições de lactato de cálcio ou citrato de cálcio na forma de partículas. As partículas são formadas por secagem por pulverização de soluções de lactato de cálcio e soluções de citrato de cálcio com a ajuda de um polímero. Este método, entretanto, não é muito eficiente porque o citrato de cálcio só pode ser seco por pulverização em baixas

concentrações, o que é economicamente indesejado, e o lactato de cálcio tem inerentemente um baixo teor de cálcio. Além disso, este método precisa de polímeros como agente de encapsulamento, o que aumenta o preço de custo e é em muitos casos não desejado em produtos alimentícios, considerando que uma alimentação contendo citrato de cálcio em baixa concentração torna o processo de secagem por pulverização economicamente desinteressante.

[0013] JP 60087753 descreve um método indireto para obtenção de uma mistura de lactato de cálcio e citrato de cálcio. Citrato de sódio é adicionado ao lactato de cálcio, que é transformado em uma solução aquosa do mesmo. Esta solução é usada com um agente de coagulação, tal como cloreto de cálcio, e adicionada a leite de soja. Este método não gera material particulado e, desse modo, só pode ser aplicado ao usuário final, isto é, o produtor do alimento ou bebida. Não é necessário dizer que este método é inapropriado para venda de um produto pronto para uso e inapropriado para uso em larga escala.

[0014] Vários problemas estão associados aos métodos e aos produtos descritos na técnica. Na técnica, há uma necessidade de uma composição particulada contendo altas quantidades de cálcio. Estas composições devem ter um tamanho de partícula de tal modo que exibam boas propriedades de processamento, incluindo bom fluxo e boas propriedades de dosagem. Por outro lado, a composição deve ter boa dispersão e comportamento de dissolução. Em adição, deve ser possível produzir a composição de um modo que seja um modo farmacêuticamente aceitável. A composição deve ser adequada para fácil aplicação em bebidas e alimentos em escala industrial, e deve proporcionar excelente sabor e sensação na boca.

[0015] Verificou-se que os problemas acima pode sem resolvidos através da provisão de uma composição particulada compreendendo micropartículas de lactato de cálcio e citrato de cálcio que têm um

diâmetro médio de 0,1 µm a 20 µm, em que a composição é na forma de partículas com um diâmetro médio de 25 µm a 1 mm, em que a razão em peso de lactato de cálcio para citrato de cálcio, com base no peso seco, é de 80 : 20 a 30 : 70, e em que o lactato de cálcio é um agente de aglomeração não-polimérico para as micropartículas de citrato de cálcio.

[0016] A composição particulada da presente invenção tem um número de vantagens. Em primeiro lugar, o tamanho de partícula da composição é tal que ela tem boas propriedades de pó, incluindo boa escoabilidade, nenhum problema de dosagem e nenhum problema de sujeira. Por outro lado, devido à presença do citrato de cálcio na forma de micropartículas, a sensação na boca do produto é muito boa. Adicionalmente, tanto lactato de cálcio quanto citrato de cálcio são aprovados para uso em alimentos, e o uso de uma mistura física destes compostos, portanto, não representa nenhum problema regulamentar. Este pode não ser o caso para outras composições contendo cálcio, lactato e citrato, por exemplo, complexos de citrato lactato de cálcio. A composição mostra um alto teor de cálcio. Em adição, verificou-se que o uso da composição de acordo com a invenção em alimentos e bebidas combina a provisão de cálcio adicional com bom gosto e boa sensação na boca. Em uma modalidade, a composição é usada em bebidas à base de fruta (sucos de fruta, etc.), em que se verificou que ela proporciona um gosto particularmente bom. Sem a pretensão de uma associação a qualquer teoria, acredita-se que o bom gosto e a boa sensação na boca proporcionados pelo produto de acordo com a invenção são causados pelo fato de que, após contato com o ambiente aquoso na bebida, o lactato de cálcio se dissolve, deixando as micropartículas do citrato de cálcio, que são tão pequenas que elas não têm a sensação arenosa na boca que pode ocorrer quando partículas grandes são usadas. Isto também é aplicável a outros gêneros alimentícios.

[0017] Em uma modalidade preferida, mais do que 90 % da composição consiste em partículas que têm um diâmetro médio de 50 µm a 300 µm. Particularmente, a composição consiste em partículas que têm um diâmetro médio de 50 µm a 150 µm.

[0018] A composição particulada compreende micropartículas de citrato de cálcio que têm um diâmetro médio de 0,1 µm a 20 µm, de preferência de 1 a 10 µm.

[0019] As partículas da composição podem estar em qualquer forma, tal como na forma de partículas amorfas e / ou cristalinas. Formas cristalinas adequadas incluem tetra-hidrato de citrato de cálcio ($\text{Ca}_3(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_6)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) e mono-hidrato de lactato de cálcio ($\text{Ca}_3(\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$).

[0020] Em uma modalidade, a composição de acordo com a invenção contém menos do que 10 % em peso de malato, em particular menos do que 5 % em peso de malato, ainda mais em particular menos do que 2 % em peso de malato. Ainda mais em particular, a composição é substancialmente livre de malato, isto é, se o malato está presente, ele está presente como um contaminante em quantidades em que a presença do mesmo não pode ser evitada no processamento normal. Acredita-se que a presença de malato pode ter um efeito danoso sobre a formação de micropartículas de citrato de cálcio.

[0021] Em uma modalidade, a composição particulada da presente invenção consiste substancialmente em lactato de cálcio e citrato de cálcio. Neste contexto, a expressão "consiste substancialmente" significa que a composição não contém outros componentes em quantidades que afetem substancialmente as propriedades de desempenho do produto. Em uma modalidade, a composição de acordo com a presente invenção consiste essencialmente em citrato de cálcio e lactato de cálcio. Isto é, nesta modalidade a composição apenas contém outros componentes como contaminantes em quantidades em que a presença dos

mesmos não pode ser evitada no processamento normal. Como será evidente para o versado na técnica, a presença de água não está excluída pela expressão "consiste essencialmente em" ou consiste substancialmente em". A composição particulada de acordo com a invenção geralmente tem um teor de água entre 2 e 13 %, em particular entre 5 e 10 %, determinado pelo aquecimento da lâmpada de halogênio a 115 °C até que a diminuição de peso tenha parado.

[0022] A presente invenção também se refere a produtos alimentares que podem ser obtidos usando a composição particulada da presente invenção. Em conseqüência, a presente invenção refere-se a um produto alimentar que compreende a composição particulada da presente invenção. Em que o produto alimentar contém água, por exemplo, no caso de um produto ou bebida alimentícia contendo água, pelo menos parte do lactato de cálcio irá dissolver na água presente na composição. Portanto, a presente invenção também se refere a um produto alimentar que compreende micropartículas de citrato de cálcio que têm um diâmetro médio de 0,1 micron a 20 microns e lactato de cálcio dissolvido. As preferências expressas acima também são aplicáveis a esta modalidade.

[0023] Outro aspecto da invenção se refere a um método para fazer tal composição. Embora qualquer método adequado para fazer a composição particulada possa ser usado, verificou-se que um processo de secagem por pulverização é muito adequado em termos de desempenho econômico e facilidade de procedimento.

[0024] Um processo adequado, portanto, inclui produzir a composição particulada em que uma solução aquosa de lactato de cálcio compreendendo micropartículas de citrato de cálcio é seca por pulverização até a composição como partículas. Este método pode ser otimizado e os produtos podem ser sintonizados para terem a funcionalidade desejada através da seleção de condições ótimas para temperatura, acidez

e mistura de alta energia aplicadas. Desse modo, condições preferidas para desempenhar este processo são o uso de temperaturas entre 70 e 100 °C, mas preferivelmente cerca de 85 °C. Condições de acidez ótimas são usualmente na faixa de um pH 3,5 a 8,0, mas preferivelmente cerca de pH 5.

[0025] Alternativamente, uma solução de partida pode ser obtida através da mistura de ácido láctico, ácido cítrico e óxido, hidróxido, carbonato e / ou bicarbonato de cálcio. Também é possível preparar uma pré-mistura de uma solução de ácido láctico e a quantidade necessária de óxido de cálcio, hidróxido de cálcio, carbonato e / ou bicarbonato de cálcio, seguida pela adição de uma solução de ácido cítrico.

[0026] De preferência, durante a mistura em qualquer um dos processos acima mencionados, uma mistura intensa é aplicada a fim de imediatamente proporcionar a super-saturação do citrato de cálcio a fim de minimizar o tamanho das micropartículas de citrato de cálcio que precipitam. A mistura das soluções ou suspensões mencionadas pode ser realizada tanto por modo de batelada quanto continuamente por um sistema em linha.

[0027] De modo surpreendente, verificou-se que a presença de ácido láctico / lactato durante a precipitação de citrato de cálcio tem um efeito favorável no sentido de que leva a micropartículas de citrato de cálcio substancialmente menores.

[0028] No caso em que as micropartículas de citrato de cálcio não são suficientemente pequenas, um tratamento extra, tal como moagem úmida ou qualquer outro método de redução de tamanho de partícula conhecido na técnica, pode ser usado para obter o tamanho de partícula necessário.

[0029] No processo de secagem por pulverização, as partículas são formadas durante o processo de secagem por pulverização. Isto é usualmente benéfico para aumentar adicionalmente as partículas obtidas

(contendo as micropartículas de citrato de cálcio). Processos de aglomeração para obter partículas maiores são bem-conhecidos. É preferido aplicar tal etapa de aglomeração durante o processo de secagem por pulverização.

[0030] O processo da invenção usa uma solução aquosa de lactato de cálcio compreendendo micropartículas de citrato de cálcio. Tais soluções de partida que contêm as micropartículas de citrato de cálcio podem ser facilmente preparadas através de tratamento de uma solução aquosa de ácido láctico e ácido cítrico com pelo menos um dentre o óxido, hidróxido, carbonato e bicarbonato de cálcio. De preferência, hidróxido de cálcio é usado. A composição é adequada como acentuador de cálcio em produtos e bebidas alimentícias, particularmente em bebidas de leite e frutas.

[0031] A invenção é ainda ilustrada através dos exemplos não-limitativos a seguir.

Exemplo 1

Preparação de líquido de citrato lactato de cálcio

[0032] A um béquer de 1 litro, os seguintes componentes foram adicionados: 409 gramas de água desmineralizada, 104 gramas de monohidrato de ácido cítrico, 117 gramas de ácido L-láctico a 88 %. Após completa dissolução dos componentes, aproximadamente 75 gramas de Ca(OH)_2 sólido foram adicionados lentamente durante agitação vigorosa da mistura da reação. As condições de agitação foram 2000 RPM, com um impulsor de 4 lâminas, cada lâmina sendo de 2,5 cm.

[0033] O Ca(OH)_2 foi continuamente adicionado durante menos de 5 minutos e a última parte foi lentamente adicionada a fim de ajustar o pH da mistura para aproximadamente 5,0. O pH foi de 1,3 para 5,0 durante adição do Ca(OH)_2 . A temperatura aumentou da temperatura ambiente para aproximadamente 75 °C. O líquido resultante era branco, opaco e levemente viscoso.

Exemplo 2

Preparação de líquido de citrato lactato de cálcio

[0034] Um experimento de acordo com o 1 foi realizado, com a diferença que o Ca(OH)_2 foi adicionado como uma suspensão em água. As quantidades de materiais foram 100 gramas de água desmineralizada, 118 gramas de mono-hidrato de ácido cítrico, 139 gramas de ácido L-lático a 88 % e 417 gramas de suspensão de Ca(OH)_2 a 30 % em peso. A temperatura aumentou da temperatura ambiente para aproximadamente 70 °C. O líquido resultante era branco, opaco e levemente viscoso.

Exemplo 3

Preparação de líquido de citrato lactato de cálcio

[0035] Um recipiente de vazão controlada de 2 litros foi inicialmente preenchido com 782 gramas de suspensão de Ca(OH)_2 a 40 % em peso. A esta suspensão, 347 gramas de ácido lático a 88 % diluídos com 142 gramas de água foram lentamente adicionados. Após reação, a temperatura desta mistura contendo lactato de cálcio dissolvido e Ca(OH)_2 suspenso era 70 °C. Subseqüentemente, aproximadamente 437 gramas de uma solução de ácido cítrico, feita através da mistura de 295 gramas de mono-hidrato de ácido cítrico e 142 gramas de água, foram adicionados ao recipiente, enquanto vigorosamente agitando a mistura. As condições de agitação eram 1250 RPM, com dois impulsores de seis lâminas, cada lâmina sendo de 2 cm.

[0036] Durante a adição de ácido cítrico, o pH foi monitorado e a adição de ácido cítrico foi parada quando o pH foi diminuído para aproximadamente 5,0. A temperatura da mistura final foi mantida a aproximadamente 80 °C. O líquido resultante era branco, opaco e levemente viscoso.

Exemplo 4

Preparação de líquido de citrato lactato de cálcio

[0037] Em um recipiente, o líquido (A) a seguir foi preparado através da adição e mistura de 32 kg de água, 8 kg de Ca(OH)_2 e 9,8 kg de ácido láctico a 88 %. Este líquido foi mantido a 80 °C a fim de manter o lactato de cálcio dissolvido e foi continuamente agitado para manter o Ca(OH)_2 em excesso suspenso. Em um outro recipiente, uma solução de ácido cítrico foi preparada através da adição e mistura de 50 kg de mono-hidrato de ácido cítrico e 32 kh de água.

[0038] Tanto o líquido quanto a solução de ácido cítrico foram conduzidos por bombas peristálticas para uma pequena câmara de mistura (26 ml de volume) contendo um dispositivo misturador de alta energia (Ultraturrax UTL 25 basic inline) ajustado a 24.000 RPM. O fluxo da solução de ácido cítrico era 167 g/minuto. O fluxo do líquido A foi ajustado a tal vazão que a produção da câmara de mistura foi ajustada para um pH de 5,0.

[0039] A produção líquida da câmara de mistura era clara, indicando que todo o Ca(OH)_2 estava dissolvido e neutralizado. A produção da câmara de mistura foi coletada e tornou-se opaca dentro de segundos, indicando uma cristalização e / ou precipitação rápida de citrato de cálcio.

[0040] O líquido resultante era branco, opaco e levemente viscoso.

Exemplo 5

Preparação de líquido de citrato lactato de cálcio

[0041] Um experimento similar foi realizado como no exemplo 4. Entretanto, o recipiente A continha uma mistura de 144 gramas de ácido láctico a 88 %, 123 gramas de mono-hidrato de ácido cítrico e 342 gramas de água por kh. O recipiente B continha uma pasta fluida de Ca(OH)_2 a 30 % em peso.

[0042] A produção líquida da câmara de mistura era clara, indicando que todo o Ca(OH)_2 estava dissolvido e neutralizado. A produção da câmara de mistura foi coletada e tornou-se opaca dentro de segundos,

indicando uma cristalização e / ou precipitação rápida de citrato de cálcio.

[0043] O líquido resultante era branco, opaco e levemente viscoso.

Exemplo 6

Secagem por pulverização de líquido de citrato lactato de sódio

[0044] Os líquidos levemente viscosos resultantes mencionados acima foram ou secos por pulverização em um secador por pulverização de laboratório (Lab Plant Spray Drier SD-04) usando uma temperatura de entrada de 260 °C e uma temperatura de saída de 93 °C, ou em um secador por pulverização piloto (Anhydro PSD52) usando um bocal de dois fluidos em cocorrente, pressão do ar de 0,3 mPa (3 bar), temperatura de entrada de 240 °C e temperatura de saída de 95 °C.

[0045] Secagem por pulverização em ambas as condições resultou em um pó seco, branco, fino.

Exemplo 7

Análises, tamanho e composição de partícula

[0046] O tamanho da partícula foi determinado por difração a laser usando um Malvern Mastersizer 2000 ou um Malvern Mastersizer S Long Bed Ver 2.15. Ambos foram equipados com uma célula seca para analisar pós e com uma célula úmida para analisar suspensões.

[0047] Em adição, fotos de Microscópio Eletrônico de Escaneamento (SEM) foram feitas a partir de pós secos.

[0048] O tamanho de partícula do pó de citrato de cálcio foi medido através de diferentes métodos.

A. O líquido resultante dos experimentos 1, 2 e 3 foram filtrados por 0,2 µm. O resíduo sólido no filtro foi enxaguado com etanol e seco à temperatura ambiente. O pó resultante foi medido por difração a laser, célula seca. Análises por HPLC confirmaram que o resíduo sólido consistia primariamente em citrato de cálcio, enquanto o filtrado continha primariamente lactato de cálcio. O tamanho médio de partícula – D

(v, 0,5) – do resíduo seco dos experimentos 1, 2 e 3 foi entre 5 e 15 μm . Fotos SEM confirmaram estas observações.

B. Amostras secas por pulverização dos experimentos 1, 2, 3 e 4 foram medidas por difração a laser, célula seca. Todas as amostras tinham um $D(v, 0,5)$ entre 5 e 15 μm . Fotos SEM confirmaram estas observações. Embora estas amostras contivessem tanto lactato de cálcio quanto citrato de cálcio, o tamanho de partícula é indicativo para citrato de cálcio, visto que A e B deram resultados similares.

C. Amostras secas por pulverização dos experimentos realizados conforme o exemplo 4 foram dissolvidas em água, resultando em uma solução de lactato de cálcio e uma dispersão de citrato de cálcio. O tamanho de partícula do sal de citrato foi determinado por difração a laser de célula úmida em uma solução saturada de citrato de cálcio, a fim de evitar dissolução das partículas de citrato de cálcio. Todas as amostras tinham um $D(v, 0,5)$ – dentre 5 e 15 μm .

D. Durante um processo industrial, um líquido de citrato lactato de cálcio foi seco usando um secador por pulverização de aglomeração, de corpo amplo. O pó aglomerado resultante foi analisado por fracionamento em peneira. Pelo menos 90 % em peso das partículas tinham um diâmetro entre 105 e 420 μm . Isto foi confirmado por difração a laser de célula seca. O tamanho de partícula do citrato de cálcio neste pó foi determinado por difração a laser de célula úmida em uma solução de citrato de cálcio saturado. Após dissolução do lactato de cálcio, as partículas restantes de citrato de cálcio tinham um tamanho médio de partícula $D(v, 0,5)$ de 6 – 7 μm .

Composição das amostras secas por pulverização de laboratório

[0049] Ácido cítrico e ácido láctico foram determinados através de HPLC e recalculados como lactato de cálcio e citrato de cálcio. Uma amostra produzida pelo método do exemplo 4 continha 43,6 % de citrato de cálcio, 47,2 % de lactato de cálcio e 9,4 % de umidade (secador de

halogênio). O cálcio foi medido titrimetricamente e pareceu ser 18,9 %. HPLC mostrou apenas um pico de citrato e lactato e nenhuma impureza.

Exemplo 8

Efeito de mistura de alta energia sobre o tamanho de partícula do citrato de cálcio

[0050] Em uma série de experimentos realizados conforme o exemplo 2, a intensidade da mistura foi variada durante a adição da suspensão do $\text{Ca}(\text{OH})_2$, através do uso de diferentes vazões de agitação. Além de aumentar a energia de mistura em um experimento, um misturador de alta energia (Ultra Turrax T25) foi adicionalmente inserido no recipiente. O efeito das diferentes condições de agitação sobre o tamanho de partícula é exibido na Tabela abaixo:

Condições de Agitação	Tamanho médio de partícula do resíduo seco de etanol D (v, 0,5)
2000 RPM + Ultra Turrax 24000 RPM	5,1 μm
2000 RPM	13,3 μm
1000 RPM	14,2 μm
500 RPM	28,5 μm

Exemplo 9

Efeito de lactato sobre o tamanho de partícula de citrato de cálcio

[0051] Em um experimento realizado conforme o exemplo 3, o ácido láctico foi omitido, resultando na produção de citrato de cálcio puro. A quantidade de produtos químicos usada foi 908 g de água, 443 g de mono-hidrato de ácido cítrico e 265 g de $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Após secagem por pulverização da suspensão resultante, o tamanho de partícula foi determinado por difração a laser, célula seca.

[0052] O tamanho de partícula, D (v, 0,5) foi 14,3 μm , ao passo que a amostra produzida no exemplo 3 tinha um tamanho de partícula substancialmente maior D (v, 0,5) de 7,5 μm .

REIVINDICAÇÕES

1. Composição particulada caracterizada pelo fato de que compreende lactato de cálcio e citrato de cálcio, em que o citrato de cálcio está sob a forma de micropartículas de citrato de cálcio, que têm um diâmetro médio de 0,1 μm a 20 μm , em que a composição está sob a forma de partículas com um diâmetro médio de 25 μm a 1 mm, em que a razão em peso de lactato de cálcio para citrato de cálcio, com base no peso seco, é de 80 : 20 a 30 : 70, e em que o lactato de cálcio é um agente de aglomeração não polimérico para as micropartículas de citrato de cálcio.

2. Composição particulada, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que mais do que 90 % da composição consiste em partículas que têm um diâmetro médio de 50 μm a 300 μm .

3. Composição particulada, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizada pelo fato de que as micropartículas de citrato de cálcio têm um diâmetro médio de 1 μm a 10 μm .

4. Composição particulada, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizada pelo fato de que a composição tem uma forma amorfa e/ou cristalina.

5. Processo para produção da composição particulada, como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que uma solução aquosa de lactato de cálcio compreendendo micropartículas de citrato de cálcio é seca por pulverização até a composição particulada.

6. Processo, de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que as partículas da composição são aglomeradas em partículas maiores da composição.

7. Processo, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que as partículas da composição são aglomeradas durante a secagem por pulverização.

8. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 5 a 7, caracterizado pelo fato de que a solução aquosa de lactato de cálcio que compreende micropartículas de citrato de cálcio para secagem por pulverização é produzida através da reação de ácido láctico e ácido cítrico com pelo menos um dentre óxido, hidróxido, carbonato e bicarbonato de cálcio.

9. Processo, de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que uma pré-mistura é preparada de uma solução de ácido láctico e pelo menos um dentre óxido, hidróxido, carbonato e bicarbonato de cálcio seguido pela adição de uma solução de ácido cítrico.

10. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 5 a 9, caracterizado pelo fato de que a solução para secagem por pulverização é mantida em 70 até 100°C, em pH 3,5 a 8.

11. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 5 a 10, caracterizado pelo fato de que a reação de ácido cítrico com pelo menos um dentre óxido, hidróxido, carbonato e bicarbonato de cálcio é realizada sob mistura de alta energia.

12. Uso da composição particulada, como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de ser como acentuador de cálcio em produtos alimentícios e bebidas.

13. Uso, de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que a composição particulada é usada como acentuador de cálcio em bebidas à base de fruta.

14. Produto alimentar caracterizado pelo fato de que compreende a composição particulada conforme definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 4.

15. Produto alimentar caracterizado pelo fato de que compreende micropartículas de citrato de cálcio que têm um diâmetro médio de 0,1 µm a 20 µm e lactato de cálcio dissolvido.

16. Produto alimentar, de acordo com a reivindicação 15,

caracterizado pelo fato de que é uma bebida.

17. Produto alimentar, de acordo com a reivindicação 15, caracterizado pelo fato de que é um produto alimentício.

18. Produto alimentar caracterizado pelo fato de que é obtível através da combinação da composição como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 4 com um produto alimentar.

19. Produto alimentar, de acordo com a reivindicação 18, caracterizado pelo fato de que o produto alimentar é uma bebida ou um produto alimentício contendo água.