

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
26. Mai 2005 (26.05.2005)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 2005/046349 A2**

(51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: **A23L 1/00**

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2004/012945

(22) Internationales Anmeldedatum:  
15. November 2004 (15.11.2004)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:  
103 53 559.4 14. November 2003 (14.11.2003) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von  
US): **AQUANOVA GERMAN SOLUBILISATE TECH-  
NOLOGIES (AGT) GMBH [DE/DE]**; Birkenweg 8-10,  
64295 Darmstadt (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **BEHNAM, Dariush**  
[DE/DE]; Schwalbenweg 9, 64380 Rossdorf (DE).

(74) Anwalt: **BLUMBACH ZINNGREBE**; Saalbaustrasse  
11, 64283 Darmstadt (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für  
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,  
AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH,  
CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES,  
FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE,  
KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD,  
MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG,  
PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM,  
TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM,  
ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für  
jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW,  
GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG,  
ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU,  
TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK,  
EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LU, MC, NL, PL,  
PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM,  
GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

**Veröffentlicht:**

— ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu ver-  
öffentlichen nach Erhalt des Berichts

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Ab-  
kürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Co-  
des and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der  
PCT-Gazette verwiesen.



**WO 2005/046349 A2**

(54) Title: OLEAGINOUS COMPOSITION CONTAINING A FLOWABLE ACTIVE INGREDIENT

(54) Bezeichnung: EINEN FLIESSFÄHIGEN WIRKSTOFF ENTHALTENDE ÖLIGE ZUSAMMENSETZUNG

(57) Abstract: The invention relates to an oleaginous composition containing an especially antioxidative, flowable active ingredient, as an additive for an oil that is principally used for food preparations, the viscosity of the composition being between the viscosity of the active ingredient and the viscosity of the oil.

(57) Zusammenfassung: Beschrieben wird eine einen insbesondere antioxidativen, fließfähigen Wirkstoff enthaltende ölige Zusammensetzung als Zusatz zu einem Öl vornehmlich für Lebensmittelzubereitungen, bei der die Viskosität der Zusammensetzung zwischen der Viskosität des Wirkstoffes und der Viskosität des Öles liegt.

**BESCHREIBUNG****A 582-1**

Einen fließfähigen Wirkstoff enthaltende ölige Zusammensetzung

Die Erfindung betrifft eine einen insbesondere antioxidativen, fließfähigen Wirkstoff enthaltende ölige Zusammensetzung vornehmlich für die Zubereitung von Lebensmitteln sowie ein Verfahren zur Herstellung der Zusammensetzung.

Die Zusammensetzung wird einem Öl zugesetzt, das seinerseits der Zubereitung von Lebensmitteln oder von Salben und anderen Kosmetika dient. Als Öl kommen etwa leichtes Pflanzenöl, beispielsweise Rapsöl, Sonnenblumenöl, Distelöl oder auch ein mittelkettiges Triglycerid wie etwa Miglyol in Betracht. Diesen Ölen werden gegen vorzeitiges Altern in dem Öl lösliche Wirkstoffe, insbesondere Antioxidantien wie etwa gemäß EP 13 38 271 mit einem Emulgator (HLB-Wert zwischen etwa 9 und 18) solubilisierte Ascorbinsäure zugesetzt. Als weiterer Wirkstoff kommt micellierte  $\alpha$ -Liponsäure gemäß DE 101 08 614 A1 in Betracht. Die Aufnahmefähigkeit des Öles an dem zugesetzten Wirkstoff ist jedoch begrenzt und für viele Anwendungsfälle nicht ausreichend. So kommt man beispielsweise für Miglyol über eine Konzentration an reiner Ascorbinsäure in dem Öl von etwa 1.200 ppm nicht hinaus. Soll das Öl als Zusatz (Compound) für Teiglinge verwendet werden, ist es erwünscht, in dem Öl eine höhere Konzentration an dem Wirkstoff wie etwa Ascorbinsäure zur Verfügung zu haben.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, den Wirkstoffgehalt in einem für Lebensmittelzubereitungen oder dergleichen geeigneten Öl zu erhöhen

Erfindungsgemäß liegt die Viskosität der eingangs genannten Zusammensetzung zwischen der Viskosität des Öls und der Viskosität des Wirkstoffes. Damit gelingt es, den Wirkstoffgehalt in dem Öl wesentlich zu erhöhen. Dazu wird erfindungsgemäß der Wirkstoff zunächst mit einer solchen Vormischung zu der Zusammensetzung vermischt, dass die Zusammensetzung eine Viskosität aufweist, die zwischen der Viskosität des Wirkstoffes und derjenigen des Öles liegt; sodann wird die Zusammensetzung dem Öl zugegeben. Die Erfindung bringt den Vorteil, dass sich in das Öl ein wesentlich höherer Anteil des Wirkstoffes einbringen lässt, als bei direkter Zugabe des Wirkstoffes zum Öl. Wenn der

**BESTÄTIGUNGSKOPIE**

Wirkstoff das erwähnte Ascorbinsäure-Solubilisat ist, lässt sich der Anteil an reiner Ascorbinsäure im Öl mit der Erfindung auf etwa das Zehnfache steigern.

Für die Vormischung eignen sich Fette als Öle wie zum Beispiel öl- und/oder linolsäurereiche Fette, Fischöl oder mittelkettige Triglyceride. Diesen werden Wachse, die aus fettähnlichen Verbindungen, aus höheren Fettsäuren und einwertigen höheren Paraffin-Alkoholen (Myricil-, Cetyl-, Deryl-, Melissylalkohol) bestehen, wie Wollfett (E 913), Bienenwachs oder Pflanzenwachs (Carnaubawachs, Candelillawachs, Zuckerrohrwachs oder auch synthetische Wachsen bestehen. Die als Alternative genannten Wachsvarianten wie Wollwachs und Wollfett, künstliche Wachse oder synthetisch hergestellte Wachse zeigen nur bei höherer Konzentration den erwünschten viskositätsausgleichenden Effekt zwischen dem Solubilisat und dem Öl. Bei Carnaubawachs ist die Homogenität der Mischung nur schwer erreichbar. Im Prozess der Abkühlung bilden sich unterschiedlich große Partikel. Daher erweist sich Cera alba für die Zwecke im Sinne der Erfindung als günstiges Mittel ohne dass die Erfindung auf die Verwendung genau dieses Waxes beschränkt ist. Der Zusatz eines der genannten Wachse zu dem Fett der Vormischung beträgt im allgemeinen nur wenige Gewichtsprozent der Vormischung. Für ein besseres Auflösen des Waxes im Fett kann es sich empfehlen, die Vormischung in leichter Wärme von beispielsweise 40°C bis etwa 60°C anzusetzen. Dem Öl wird der Wirkstoff in Form einer Zusammensetzung zugesetzt, welche aus einem Teil Wirkstoff und einem Mehrfachen des Teiles an Vormischung besteht. Für den Fall der erwähnten micellisierten Ascorbinsäure besteht die Zusammensetzung zweckmäßig aus einem Teil Ascorbinsäuresolubilisat und ungefähr 9 Teilen Vormischung.

Das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung der Zusammensetzung sieht vor, dass der Wirkstoff mit einer öligen Vormischung verrührt wird, die so eingestellt wird, daß die Viskosität der Zusammensetzung zwischen der Viskosität des Wirkstoffes und der Viskosität des Öles liegt.

Vorteilhafte Ausgestaltungen der erfindungsgemäßen Zusammensetzung sowie zweckmäßige Verfahrensführungen für die Erfindung sind im Übrigen in den Unteransprüchen angegeben.

Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Öls kann beispielsweise wie folgt vorgegangen werden: Die Viskosität der einzelnen Mischungen bei RT (20°C) wird als Auslaufzeit in Sekunden nach DIN 53211 mit einem FORD-Becher gemessen, der eine Auslaufdüse von 3 mm aufweist. Die Auslaufzeit des in den beiden nachstehenden Beispielen verwendeten Miglyol 812 beträgt 31,5 Sekunden.

#### Beispiel 1

In einem ersten Schritt wird eine Vormischung B 1 hergestellt, welche aus Cera alba (CA) und einem leichten, insbesondere pflanzlichen Fett, wie beispielsweise Sonnenblumenöl, Rapsöl oder Distelöl, oder alternativ aus Neutralöl (Miglyol 812) besteht. Dazu werden etwa 97,8 Gew% (bezogen auf 100 Gew% der Vormischung) des Fettes mit 2,2 Gew% CA miteinander vermischt und auf etwa 40 bis etwa 60 °C erwärmt und gerührt, bis die Cera alba-Plättchen sich vollständig in dem Fett gelöst haben. Das Gemisch wird unter ständigem Rühren langsam auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Auslaufzeit dieser Vormischung beträgt 146,5 Sekunden.

In einem zweiten Schritt wird separat ein Ascorbinsäure-Solubilisat A 1 hergestellt, welches aus Ascorbinsäure, Wasser und Polysorbat 20 besteht. Dazu werden 10 Gew% Ascorbinsäure in 10 Gew% (bezogen auf 100 Gew% Solubilisat) destilliertem Wasser in der Wärme (40 °C bis 60 °C) aufgelöst und unter Rühren bei der angegebenen Temperatur 10 Gew% Miglyol 812 hinzugegeben. Bei Erreichen der Homogenität der Mischung werden 70 Gew% erwärmtes Polysorbat 20 eingetragen und die Mischung bis zur Klarheit und Homogenität gerührt. Die Auslaufzeit dieses Ascorbinsäuresolubilisats beträgt 867,0 Sekunden.

Sodann werden in einem dritten Schritt 90 Gew% der Vormischung B1 und 10 Gew% des Ascorbinsäure-Solubilisats A1 unter Rühren vermischt, so dass die fertige Zusammensetzung 1 Gew% (= 10.000 ppm) an reiner Ascorbinsäure enthält. Die Auslaufzeit dieser Zusammensetzung beträgt 70,5 Sekunden.

#### Beispiel 2

Herstellung einer Vormischung B 2:

Die in Beispiel 1 genannte Vormischung B 1 erhält einen Zusatz eines Glycerids, beispielsweise Lamegin DWP 2000 (Cognis), welches ein Mono- und Diacetylweinsäure-Ester von Mono- und Diglyceriden ist. Im Einzelnen werden zu

70 Gew% (bezogen auf die fertige Vormischung = 100 %) der Vormischung B1 20 Gew% Lamegin zugegeben und zur Homogenität verrührt. Die Auslaufzeit beträgt 78,0 Sekunden.

Die Zusammensetzung wird dann in der Weise erhalten, dass 10 Gew% (bezogen auf die Zusammensetzung = 100 Gew%) des Ascorbinsäure-Solubilisats A1 mit 90 Gew% der Vormischung B2 bis zur Homogenität verrührt werden. Diese Zusammensetzung enthält 1 Gew% (= 10.000 ppm) reine Ascorbinsäure. Die Auslaufzeit der Zusammensetzung beträgt 85,0 Sekunden.

#### Beispiel 3

Vormischung B 3: Zu 96,5 Gew% (bezogen auf die Vormischung = 100 Gew%) Miglyol 812 werden 3,5 Gew% Cera alba bei etwa 40°C bis etwa 60°C gegeben und in der Wärme gerührt, bis sich die Cera alba Plättchen vollständig aufgelöst haben. Das warme Gemisch wird unter ständigem Rühren langsam auf RT abgekühlt. Auslaufzeit: 115,5 Sekunden.

Solubilisat A 3: Etwa 20 Gew% (bezogen auf das Solubilisat = 100 Gew%) Ascorbinsäure werden bei etwa 45 °C in etwa 20 Gew% destilliertem Wasser vollständig aufgelöst. Der Lösung werden etwa 60 Gew% Polysorbat 80 unter Rühren und Aufwärmen auf etwa 80 °C zugegeben. Es wird bis zur Klarheit und Homogenität des Solubilisats gerührt.

Zusammensetzung: Etwa 5 Gew% des Solubilisats A 3 werden mit etwa 95 Gew% der Vormischung B 3 verrührt, bis die Homogenität der Zusammensetzung erreicht ist. Die Zusammensetzung enthält dann wiederum etwa 1 Gew% reine Ascorbinsäure. Auslaufzeit: 179,5 Sekunden.

#### Beispiel 4

Vormischung B 4: Etwa 96 Gew% (bezogen auf die Vormischung = 100 %) Miglyol 812 werden in der Wärme (Beispiel 3) mit etwa 4 Gew% Cera alba verrührt, bis sich die Cera alba Plättchen vollständig gelöst haben. Das Gemisch wird unter Rühren langsam auf RT abgekühlt.

Die Zusammensetzung wird erhalten, indem etwa 10 Gew% des Solubilisats A 3 mit etwa 90 Gew% der Vormischung B 4 bis zur Homogenität verrührt werden. Die Zusammensetzung enthält insgesamt etwa 2 Gew% reine Ascorbinsäure. Die Auslaufzeit beträgt 131,5 Sekunden.

Aus den vorstehenden Beispielen erkennt man, dass die Viskosität der jeweiligen Zusammensetzung, ausgedrückt in Auslaufzeiten, zwischen der Viskosität des Solubilisats und derjenigen des mit der Zusammensetzung zu versetzenden Öls liegt. Dabei ist zu berücksichtigen, dass die Auslaufzeit von A 3 nach der hier angewandten Methode wegen der Zähflüssigkeit von A 3 bei RT nicht bestimmbar ist, jedoch mindestens so groß angenommen werden kann wie diejenige von A 1.

Die anhand der vorstehenden Beispiele beschriebene Erfindung hat den weiteren Vorteil, dass das sedimentfreie Versetzen des Öls mit der erfindungsgemäßen Zusammensetzung bei RT durchgeführt werden kann. Die Erfindung ist indes auf die konkreten Zahlenangaben und die erwähnten Ausgangsstoffe nicht beschränkt. Wenn nämlich toleriert werden kann, dass die Zugabe der Zusammensetzung zum Öl auch in leichter Wärme (etwa 30°C bis etwa 60°C) erfolgen kann, kommen auch andere Vormischungen, Solubilisate und Zusammensetzungen in Betracht, solange die Viskosität der Zusammensetzung bei der gewählten Temperatur zwischen derjenigen des Solubilisats und derjenigen des Öls liegt.

Man kann daher auch wie folgt vorgehen: Etwa 88,5 Gew% (bezogen auf die Zusammensetzung = 100 %) eines Öles, das ein Pflanzenöl, Fischöl oder ein mittelkettiges Triglycerid sein kann, werden auf etwa 80 °C erwärmt. Dem warmen Öl werden etwa 1,5 Gew% Bienenwachs (cera alba) zugegeben und gerührt. Nach Auflösung des Wachses werden der warmen Mischung etwa 10 Gew% des vorstehend genannten Ascorbinsäure-Solubilisats zugegeben. Das Rühren wird fortgesetzt, bis nach Abschalten der Heizung die Zusammensetzung sich auf Raumtemperatur abgekühlt hat.

Diese erfindungsgemäße Zusammensetzung bleibt auch nach längerer Lagerung (bei Raumtemperatur oder darunter) stabil homogen und sedimentfrei und enthält ca. 1 Gew% bzw. 10.000 ppm reine, chemisch unveränderte Ascorbinsäure

(Vitamin C). Diese Ascorbinsäure-Konzentration im Öl liegt ca. 20-fach über der Konzentration, welche durch derivatisierte Ascorbinsäure-Varianten, wie z.B. Ascorbyl-Palmitat (bisher einzige nicht phenolische Antioxidans-Variante), in Ölen erreicht worden ist.

Die Erfindung lässt sich auch mit einem Ascorbinsäuresolubilisat realisieren, bei welchem statt Polysorbat 80 das Polysorbat 20 eingesetzt worden ist.

Statt der vorstehend genannten Triglyceride kann man das Ascorbinsäure-Solubilisat auch mit mittelkettigen Triglyceriden gewinnen, die üblicherweise einen wesentlichen Gehalt an Caprylsäure und Caprinsäure aufweisen. Ferner kann man das Ascorbinsäure-Solubilisat auch durch Verwendung von Polysorbat 20 statt Polysorbat 80 herstellen, wobei die genannten Gewichtsverhältnisse im Wesentlichen beibehalten werden können. Die Auslaufzeit eines solchen mit Polysorbat 20 hergestellten Ascorbinsäure-Solubilisats wird zu 15,5 Minuten gemessen.

Die erfindungsgemäße Zusammensetzung kann dem Öl in einer Menge je nach Bedarf (bis 25 Gew%) zugegeben werden. Damit lässt sich der Anteil an Ascorbinsäure in dem Öl frei einstellen, ohne dass dazu weitere Maßnahmen (Zugabe von Additiven oder der Einsatz besonderer Rührwerke) erforderlich wären.

Wie dargelegt, eignet sich die Zusammensetzung zur Konservierung von Ölen. Darüber hinaus kann die Zusammensetzung als Hauptkomponente (Oxidations-Compound) bei der Zubereitung von Teigen oder Teigmischungen Verwendung finden, aus denen Backwaren hergestellt werden sollen. Ferner empfiehlt sich die Verwendung der Zusammensetzung als antioxidativer Zusatz bei der Herstellung von Fischwaren, insbesondere Fischkonserven und als Zusatz zu Kosmetika.

**ANSPRÜCHE**

1. Eine einen insbesondere antioxidativen, fließfähigen Wirkstoff enthaltende ölige Zusammensetzung als Zusatz zu einem Öl vornehmlich für Lebensmittelzubereitungen, bei der die Viskosität der Zusammensetzung zwischen der Viskosität des Wirkstoffes und der Viskosität des Öles liegt.  
5
2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, in welcher der Wirkstoff in einer durch einen Emulgator mit einem HLB-Wert von 9 bis 18 micellisierten Form vorliegt.
3. Zusammensetzung nach Anspruch 1 oder 2, bei der der Wirkstoff durch  
10 Polysorbat 20 oder Polysorbat 80 micellisierte Ascorbinsäure ist.
4. Zusammensetzung nach einem der vorstehenden Ansprüche, bei der der ölige Anteil der Zusammensetzung das gleiche Öl ist, wie dasjenige, dem die Zusammensetzung zugegeben wird.  
15
5. Zusammensetzung nach einem der vorstehenden Ansprüche, welche aus einer öligen Vormischung, die einen geringen Anteil an Wachs enthält, und dem mit der Vormischung verrührten Wirkstoff besteht.
- 20 6. Zusammensetzung nach Anspruch 5, bei der als Wachs Cera alba eingesetzt ist.
7. Zusammensetzung nach Anspruch 5 oder 6, bei der der Gehalt an Wachs nur wenige Gew% der Vormischung beträgt.  
25
8. Zusammensetzung nach einem der vorstehenden Ansprüche, bestehend aus etwa einem Teil Wirkstoff und einem Mehrfachen, insbesondere dem Neunfachen des Teiles an Vormischung.
- 30 9. Zusammensetzung nach einem der vorstehenden Ansprüche, bei der die Vormischung etwa 1 Gew% bis etwa 4 Gew% Wachs, insbesondere Cera alba

aufweist.

- 5 10. Verfahren zur Herstellung einer Zusammensetzung nach einem der vorstehenden Ansprüche, bei dem der Wirkstoff mit einer öligen Vormischung verrührt wird, die derart eingestellt wird, dass die Viskosität der Zusammensetzung zwischen der Viskosität des Wirkstoffes und der Viskosität des Öles liegt, dem die Zusammensetzung zugegeben wird.
- 10 11. Verfahren nach Anspruch 10, bei dem die Vormischung einen geringen Anteil an Wachs enthält.
- 15 12. Verfahren nach Anspruch 11, bei dem das Wachs mit dem Ölanteil der Vormischung in der Wärme, beispielsweise etwa 40°C bis etwa 60°C, verrührt wird.
13. Verfahren nach Anspruch 11 oder 12, bei dem der Vormischung Lamegin oder dergleichen Emulgator zugegeben wird.
- 20 14. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 13, bei dem als Wachs Cera alba eingesetzt wird.
- 25 15. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 14, bei der der ölige Anteil der Vormischung mit etwa 1 Gew% bis etwa 4 Gew% an Wachs, insbesondere Cera alba, verrührt wird.
- 30 16. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 bis 15, bei welchem etwa ein Teil Wirkstoff mit einem Mehrfachen, insbesondere Neunfachen des Teiles an Vormischung verrührt wird.
- 35 17. Verwendung der Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 9 als Zusatz für ein Teiglingen oder Back- oder Fischwaren oder einem Kosmetikum zuzusetzendes Öl.