(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 376 715**

(51) Int. Cl.:
A23L 1/221 (2006.01)
A23L 1/236 (2006.01)
A23L 1/22 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Número de solicitud europea: **10159031 .3**
(96) Fecha de presentación: **01.04.2010**
(97) Número de publicación de la solicitud: **2236043**
(97) Fecha de publicación de la solicitud: **06.10.2010**

(54) Título: **PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE UNA SUSTANCIA DE EXTRACCIÓN DE LAS HOJAS DE MORA DULCE.**

(30) Prioridad:
03.04.2009 DE 102009016171

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.03.2012

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.03.2012

(73) Titular/es:
PLANTEXTRAKT GMBH&CO. KG
DUTENDORFER STRASSE 5-7
91487 VESTENBERGSGREUTH, DE

(72) Inventor/es:
Kler, Adolf y
Kriesl, Erwin

(74) Agente/Representante:
Carpintero López, Mario

ES 2 376 715 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 obtención de una sustancia de extracción de las hojas de la mora dulce.

La invención se refiere a un procedimiento para la obtención de un extracto de plantas de las hojas de la mora dulce (rubus chingii, var. suavissimus), en particular para el uso como aditivo alimentario.

Respecto a los antecedentes de la invención hay que indicar que los extractos de plantas se usan actualmente en múltiples formas en la fabricación de alimentos como aditivos habituales, por ejemplo en el campo de las bebidas calientes y frías en las formas de ofertas más diversas, en la fabricación de dulces, en productos lácteos, bebidas alcohólicas, productos de panadería y pastelería, etc. Estos extractos de plantas se usan sustancialmente por razones gustativas, por ejemplo para conferir a un producto las propiedades aromáticas específicas del extracto de plantas usado.

Además de las propiedades aromáticas mencionadas, muchos extractos de plantas presentan otras propiedades interesantes, que frecuentemente son parte integrante del alimento. Por ejemplo, el extracto de hibisco muestra además de sus propiedades ácidas, afrutadas y aromáticas también propiedades colorantes, que hacen que las bebidas hechas con extracto de hibisco presenten un color rojo intenso, ópticamente agradable. Este puede atribuirse a los antocianos propios de la planta.

Los extractos de té negro o verde muestran como otro ejemplo que, debido al contenido de catequinas y fenoles polímeros, puede detectarse un sabor agradablemente amargo, ligeramente adstringente.

No obstante, son especialmente interesantes las plantas y extractos de plantas que presenten propiedades edulcorantes o propiedades que puedan usarse junto con azúcar o también con aromas en el sentido de una potenciación sinérgica. Esto es importante, en particular respecto a una reducción general de la ingestión de azúcares. En la actualidad, el sobrepeso y el diabetes 2 son ya enfermedades muy extendidas y según todos los pronósticos seguirán aumentando.

Para la fabricación de alimentos sin azúcar o reducidos en azúcar, en particular bebidas, se admiten actualmente una serie de edulcorantes artificiales o sintéticos. El inconveniente de ello es en muchos casos las sensaciones gustativas sumamente dulces y prolongadas, en parte con un regusto fuerte desagradable. Por lo tanto, en los últimos años ha aumentado claramente el interés por alimentos y aditivos alimentarios naturales o incluso ecológicos.

La mora china o dulce (rubus chingii, var. suavissimus) pertenece a la familia de las rosáceas (rosaceae), como también las moras europeas y las frambuesas.

En la UE, las hojas de rubus chingii se usan como alimentos para el uso de “productos similares a té”. En muchas infusiones de hierbas y de frutas, las hojas de la mora dulce forman parte de la receta.

Por el estado de la técnica se conocen en este contexto distintos alimentos y procedimientos para su fabricación, en los que se usan o extraen hojas de mora dulce.

El documento CN 101069533 A describe, por ejemplo, un “Natural sugar-free sweet-tea drink and its preparing method”. La publicación japonesa JP 2008043287 A da a conocer un “Method for producing Rubus suavissimus extract improved in taste”. Para ello, las hojas de rubus chingii, var. suavissimus se someten a un tratamiento previo con alcohol o mezclas de alcohol y agua y a continuación a una extracción alcohólica o acuosa y alcohólica, siendo una propiedad característica del proceso que el disolvente de extracción propiamente dicho tiene un menor contenido de alcohol que el agente del tratamiento previo usado.

La solicitud de patente coreana KR 10 2008 0016772 A describe para la extracción previa de hojas de rubus chingii, var. suavissimus un contenido de alcohol de > 80 %, para la extracción posterior se indica un máximo del 60 % de alcohol.

El documento US 6 228 996 B1 da a conocer (véase el ejemplo), el uso de un extracto de hojas de la mora dulce (rubus suavissimus) en seco como edulcorante. El extracto se obtiene mediante la precipitación del extracto acuoso de las hojas, así como el tratamiento subsiguiente del extracto restante.

El objetivo de la invención era ahora obtener a partir de las hojas de la mora dulce (bot.: rubus chingii, var. suavissimus) un extracto que presente tanto propiedades edulcorantes, pero al mismo tiempo también otras cualidades gustativas típicas de la planta y que pueda usarse como extracto de rubus suavissimus para la fabricación de distintos alimentos. El objetivo no era obtener un edulcorante sujeto a homologación de rubus chingii, var. suavissimus, sino un producto con propiedades edulcorantes que mantenga al mismo tiempo típicas matices gustativas propias de la planta.

Este objetivo se consigue mediante las etapas base del procedimiento indicadas en la reivindicación 1:

a) extracción primaria acuosa de hojas de mora dulce preferiblemente secas,

b) precipitación alcohólica del extracto acuoso de la etapa base a),

c) separación y eliminación del precipitado de la reacción de precipitación según la etapa base b),

d) otra precipitación del extracto restante de las etapas base b) y c) con una solución de hidróxido de calcio,

e) separación y eliminación del precipitado de la reacción de precipitación según la etapa base d) y

f) tratamiento subsiguiente del extracto restante de las etapas base d) y e) como extracto líquido, pastoso o seco.

Sorprendentemente se ha mostrado que los extractos de rubus chingii, var. suavissimus obtenidos según el procedimiento reivindicado de varias etapas presentan buenas propiedades gustativas y pueden usarse como aditivo alimentario con propiedades características, ligeramente edulcorantes.

Sorprendentemente también se ha mostrado que estos extractos presentan propiedades en el sentido de potenciar el aroma o redondear el sabor, cuando los extractos se usan en la dosificación indicada p.ej. en bebidas.

En este contexto, se considera que en primer lugar es el llamado rubusósido que actúa como sustancia edulcorante. Se trata de un tipo de compuesto que puede asignarse a los glicósidos de diterpeno. Además del rubusósido, en las hojas hay cantidades pequeñas de otros 15 glicósidos. Algunos de estos compuestos menores, que en comparación con el rubusósido se han sustituido de distintas maneras, muestran también sensaciones gustativas dulces. Los extractos descritos en la presente patente se distinguen claramente de los productos según el estado de la técnica como se ha descrito anteriormente.

En las reivindicaciones subordinadas se indican variantes preferibles del procedimiento de fabricación base, para cuya explicación se remite al ejemplo de realización evitándose repeticiones.

La invención se refiere, además, a una sustancia de extracción obtenida según el procedimiento base, secándose el extracto obtenido mediante extracción primaria acuosa, así como posterior precipitación alcohólica y precipitación con una solución de hidróxido de calcio.

Una sustancia de extracción de este tipo puede usarse en forma seca, pastosa o líquida como aditivo edulcorante y/o potenciador de aroma en alimentos, bebidas y/o aromas, así como en una forma enriquecida como aditivo para alimentos concentrados o productos complementarios para la alimentación, en particular en forma de concentrados, cápsulas o comprimidos.

Otras características, detalles y ventajas de la invención resultan del ejemplo de realización descrito a continuación.

Ejemplo de realización:

Hojas secas en una cantidad que a continuación se denominará “droga empleada” de rubus chingii, var. suavissimus (contenido de rubusósidos aprox. entre el 3 y el 4 % respecto a la masa seca) se extraen en una

1ª etapa del procedimiento – corresponde a la reivindicación 1, etapa base a) –

con agua desmineralizada a 90ºC – 100ºC. La relación entre la droga y el disolvente está situada entre 1:5 y 1:15. El rendimiento obtenido respecto a la droga empleada es aprox. del 30 %. El contenido de rubosósidos después de la primera etapa del procedimiento es aprox. del 10 % respecto a la sustancia seca del extracto. La siguiente etapa, que es la

2ª etapa del procedimiento – corresponde a la reivindicación 1, etapa base b) –

es la precipitación alcohólica del extracto acuoso. La concentración de alcohol se ajusta aprox. entre el 60 y el 70 % de etanol. Después de la separación mediante centrífugas – corresponde a la reivindicación 1, etapa base c) -, se alcanzan rendimientos de aprox. un 22 % respecto a la droga empleada. El sedimento se elimina. Después de la 2ª etapa del procedimiento, el enriquecimiento de rubosósidos sólo sube del 10 al 12 % respecto a la sustancia seca del extracto. Lo que es más importante y sorprendente es que, gracias a la precipitación descrita con etanol al 60 – 70 %, se obtenga un extracto que presenta un gran rendimiento, pero unos matices amargos sustancialmente reducidos en cuanto al sabor. Otros matices típicos de la planta, como p.ej. sabor a hierba, a regaliz o a tostados se mantienen.

3ª etapa del procedimiento – corresponde a la reivindicación 1, etapa base d) –

Se realiza otra precipitación del extracto de la 2ª etapa del procedimiento mediante hidróxido de calcio $Ca(OH)_2$. La solución se ajusta con hidróxido de calcio en un valor pH de 9 a 13. Después de otra separación mediante centrífugas – corresponde a la reivindicación 1, etapas base e), se obtiene un rendimiento de aprox. el 14 % respecto a la droga empleada. El sedimento vuelve a eliminarse. El contenido de rubosósidos después de la 3ª etapa del procedimiento es aprox. del 18 % respecto a la sustancia seca del extracto.

El extracto así obtenido se vuelve a acidificar con ácidos, p.ej. ácido cítrico, a un valor pH de 5 a 7.

Según el fin de aplicación, el extracto así obtenido puede ser sometido a un tratamiento subsiguiente – corresponde a la reivindicación 1, etapa base f) -. En caso de que no se pretenda otro enriquecimiento de los rubosósidos, el extracto puede secarse y ajustarse para que sea pastoso mediante una deshidratación selectiva y, a continuación, es ventajoso para el uso en alimentos, p.ej. bebidas. Si se pretende un enriquecimiento de los rubosósidos, a continuación siguen otras etapas del procedimiento para el tratamiento subsiguiente del extracto restante de las etapas base d) y e). En una

4ª etapa del procedimiento

puede seguirse con un tratamiento adsortivo del extracto obtenido de la 3ª etapa del procedimiento mediante adsorbentes polímeros, como p.ej. RP18 con un tamaño de partículas de aprox. 60-100 μm o HP 20. Los materiales adsorbentes indicados han resultado ser especialmente adecuados para la posterior purificación del extracto de rubus. Esto se ha demostrado en una serie de ensayos previa.

La elución del extracto previamente adsorbido, p.ej. por adsorbentes HP20, se realiza en tres etapas mediante agua (2 volúmenes de lecho), alohcol al 20 % (1 volumen de lecho) y alcohol al 40 % (2 volúmenes de lecho).

Para el tratamiento subsiguiente sólo se usa la fracción de alcohol al 40 %. El rendimiento que puede conseguirse se reduce a aprox. un 1 % respecto a la droga empleada. Al mismo tiempo, se obtienen contenidos de rubosósidos de aprox. un 65 % respecto a la sustancia seca del extracto. Como última y

5ª etapa del proceso

puede realizarse un alto enriquecimiento de fases de inversión (p.ej. simetría C18, tamaño de partículas aprox. entre 5 y 10 μM) mediante cromatografía preparativa. El rendimiento baja aquí al 0,01 % respecto a la droga empleada enriqueciéndose al mismo tiempo los rubosósidos a > 99 % respecto a la sustancia seca del extracto.

Todos los extractos de rubus obtenidos tras las etapas del procedimiento 3 y 4 pueden concentrarse, secarse y, dado el caso, someterse a un tratamiento subsiguiente según los procedimientos generalmente conocidos.

Según el fin de aplicación también se usan vehículos como p.ej. almidón, derivados de almidón, azúcar, sales, etc. Para el uso como producto líquido o pastoso se usan como vehículos preferiblemente agua, alcohol, glicerina, jarabes de glucosa o glicol de propileno, etc.

Para el campo de productos concentrados, como p.ej. productos complementarios para la alimentación (concentrados, cápsulas, comprimidos, etc.) pueden usarse debido a las limitaciones de las cantidades en la receta preferiblemente extractos de las etapas del procedimiento 4 y 5.

La composición de un extracto según la etapa del procedimiento 3 (desecado por pulverización) que puede usarse para el uso como alimento es la siguiente:

H_2O	: 4,64 %
Proteína (NX6,25)	: 2,79 %
Grasa	: 1,60 %
Hidratos de carbono *	: 73,61 %
Azúcar	: 19,10 %
Glucosa	: 9,85 %
Fructosa	: 9,25 %
Sacarosa	: < 0,1 %
Sustancias de lastre	: 5,55 %
Cenizas	: 11,81 %
Sodio	: 647,2 mg/kg
Aminoácidos	: 4,3 m/g

L-Prolina	: 2,1 mg/g
L-Ácido glutámico	: 0,04 mg/g
Rubosósidos	: aprox. 18 %

* calculado como diferencia 100-H_2O-proteína-grasa-cenizas-sustancias de lastre

En la tabla expuesta a continuación se indican ejemplos de aplicación para tres bebidas con las propiedades edulcorantes del extracto obtenido en la etapa del procedimiento 3. Se indican tres recetas, es decir

a) receta estándar (est.) con azúcar,

b) receta estándar (est.) con azúcar y extracto de rubus y

c) receta estándar (est.) sólo con extracto de rubus,

		a) Receta est. con azúcar	b) Receta est. con azúcar y extracto de rubus	c) Receta est. sólo con extracto de rubus
Bebida	Denominación	Cantidad [g]	Cantidad [g]	Cantidad [g]
Té verde pera	Extracto de té verde	0,04	0,04	0,04
	Extracto de rubus Desarrollo lote 18911388	-	0,04	0,08
	Aroma de pera	0,01	0,03	0,01
	Ácido cítrico	0,03	0,03	0,03
	Azúcar	1,7	0,85	-
Té de frutas	Extracto de té de frutas “fresa”	0,16	0,16	0,16
	Extracto de rubus Desarrollo lote 18911388	-	0,04	0,08
	Ácido cítrico	0,06	0,06	0,06
	Azúcar	1,7	0,85	-
Rooibos – naranja y vainilla	Extracto de rooibos	0,75	0,075	0,075
	Extracto de rubus Desarrollo lote 18911388	-	0,04	0,08
	Aroma de naranja	0,01	0,01	0,01
	Aroma de vainilla	0,008	0,008	0,008
	Ácido cítrico	0,06	0,06	0,06
	Azúcar	1,7	0,85	-
	Llenar con agua de osmosis hasta alcanzar 100 g			

Una comparación sensorial muestra que la bebida según la receta estándar c), que contiene exclusivamente el extracto de rubus anteriormente descrito de la etapa del procedimiento 3 con la composición indicada en la cantidad indicada tiene un

sabor igual de dulce que un producto edulcorado puramente con un 1,7 % de azúcar. Naturalmente, también son posibles mezclas según la receta estándar b).

Una comparación sensorial de las propiedades aromáticas o las intensidades de distintos extractos aromáticos, como p.ej. extractos, entre otros, elegidos de la serie de productos nuevamente desarrollada “elexia” de la solicitante (hinojo, manzanilla, melisa, menta piperita, azahar, flor de jazmín, té verde, té negro) muestra que con el mismo uso de aromas puede detectarse una potenciación de la sensación aromática del 10 al 30 %. El producto tiene un sabor más intenso. Como conclusión inversa puede dosificarse, por lo tanto, con la misma percepción aromática menos extracto aromático, lo cual conduce a una clara reducción de los costes.

Las ventajas sensoriales del extracto de rubus obtenido según la invención se muestran mediante los diagramas en el dibujo adjunto. Muestran:

La Figura 1 un diagrama de barras de la percepción sensorial aromática para distintos extractos naturales y

la Figura 2 un diagrama de 3 ejes de las percepciones gustativas dulzor/cuerpo/aroma típico para una mezcla de extracto de melisa y aceite de melisa (0,11 %) sin y con aditivo de un extracto de rubus suavissimus.

En las Figura 1 se ha marcado en el eje vertical la percepción sensorial aromática en grados de 1 a 7 para los aromas o aroma/mezclas de aroma/aceite sin (barra vacía) y con aditivo con un extracto de rubus suavissimus al 0,04 % (barra rayada). Así se ve que en el caso de los aromas melisa e hinojo o las mezclas melisa/aceite de melisa e hinojo/aceite de hinojo aumenta la percepción sensorial aromática entre 1 y 1,5 grados cuando se añade el extracto de rubus. Esto significa que, para conseguir la misma percepción aromática, la cantidad empleada de aroma en una bebida puede reducirse añadiéndose el extracto de rubus, lo cual conlleva reducciones de costes claros en la fabricación de las bebidas correspondientes.

En la Fig. 2 se muestra claramente que una mezcla de extracto de melisa y aceite de melisa (0,11 %) sin la adición de extracto de rubus suavissimus (triangulo rayado) alcanza en la percepción gustativa “aroma típico” el grado 5 y en la percepción gustativa “cuerpo” el grado 3. La percepción gustativa “dulzor” no se indica mostrando el grado 0.

Al añadirse extracto de rubus suavissimus a esta mezcla de extracto de melisa/aceite de melisa (triángulo con borde grueso en la Figura 2) aumentan un grado las percepciones gustativas “aroma típico” y “cuerpo”. El cambio significante gracias a la adición de rubus suavissimus está en la percepción gustativa “dulzor”, que alcanza ahora el grado 3.

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la obtención de extractos de plantas de las hojas de la mora dulce (rubus chingii, var. suavissimus), en particular para el uso como aditivo alimentario, **caracterizado por** las siguientes etapas de procedimiento:

a) extracción primaria acuosa de hojas de mora dulce preferiblemente desecadas,

b) precipitación alcohólica del extracto acuoso de la etapa base a),

c) separación y eliminación del precipitado de la reacción de precipitación según la etapa base b),

d) otra precipitación del extracto restante de las etapas base b) y c) con una solución de hidróxido de calcio,

e) separación y eliminación del precipitado de la reacción de precipitación según la etapa base d) y

f) tratamiento subsiguiente del extracto restante de las etapas base d) y e) como extracto líquido, pastoso o seco.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** la extracción primaria acuosa se realiza según la etapa base a) con agua desmineralizada a una temperatura entre 90ºC y 100ºC.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, **caracterizado porque** la precipitación alcohólica según la etapa base b) se realiza con etanol con una concentración alcohólica entre el 60 % y el 70 %.

4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la precipitación según la etapa base d) se realiza mediante la adición correspondiente de hidróxido de calcio al extracto restante después de las etapas base b) y c) con un valor pH de 9 a 13.

5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la separación del precipitado de las precipitaciones según las etapas base b) y/o d) se realiza mediante centrifugado.

6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el extracto restante después de las etapas base d) y e) se vuelve a acidificar.

7.- Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el extracto se deseca, en particular se deseca por pulverización, para el tratamiento subsiguiente según la etapa base f).

8.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque,** para un enriquecimiento, el extracto se somete a un tratamiento adsortivo con un adsorbente polímero para el tratamiento subsiguiente según la etapa base f).

9.- Procedimiento según la reivindicación 8, **caracterizado porque** la elución del extracto adsorbido se realiza en varias etapas mediante agua y alcohol.

10.- Procedimiento según la reivindicación 9, **caracterizado porque** la elución alcohólica del extracto se realiza en dos etapas con valores crecientes de etapa a etapa de la concentración de alcohol y del volumen de lecho.

11.- Procedimiento según la reivindicación 10, **caracterizado porque** el extracto obtenido en la segunda etapa de la elución alcohólica se enriquece fuertemente en fases inversas mediante cromatografía preparativa.

12.- Extracto de hojas de la mora dulce (rubus chingii, var. suavissimus), en particular para el uso como aditivo alimentario, obtenido según la reivindicación 8, **caracterizado por** la siguiente composición característica respecto a la sustancia seca:

H_2O	: 4,64 %
Proteína (NX6,25)	: 2,79 %
Grasa	: 1,60 %
Hidratos de carbono *	: 73,61 %
Azúcar	: 19,10 %
Glucosa	: 9,85 %
Fructosa	: 9,25 %
Sacarosa	: < 0,1 %

Sustancias de lastre	: 5,55 %
Cenizas	: 11,81 %
Sodio	: 647,2 mg/kg
Aminoácidos	: 4,3 m/g
L-Prolina	: 2,1 mg/g
L-Ácido glutámico	: 0,04 mg/g
Rubosósidos	: aprox. 18 %

* calculado como diferencia 100-H_2O-proteína-grasa-cenizas-sustancias de lastre

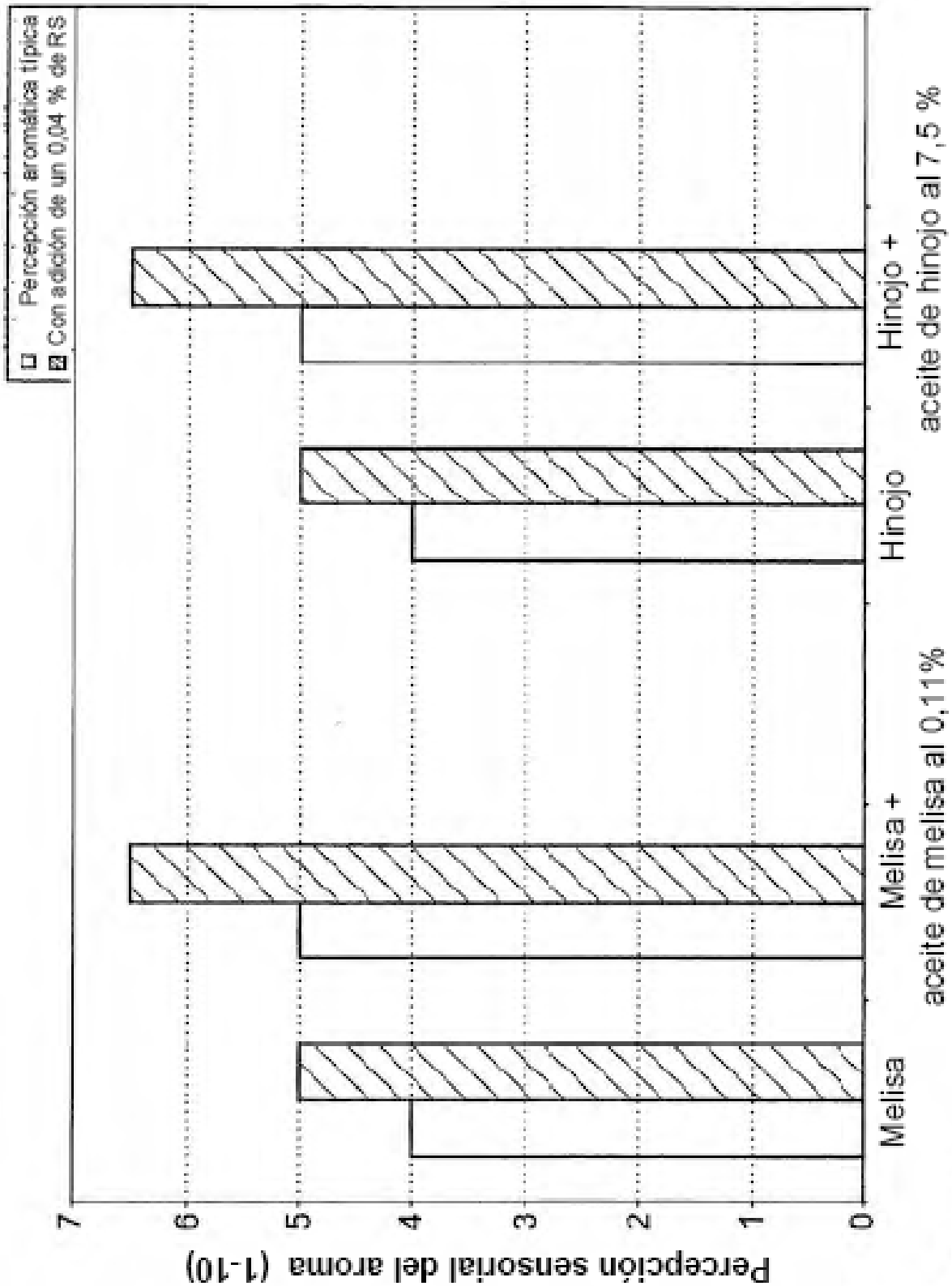
Percepción aromática típica
Con adición de un 0,04 % de RS
Percepción sensorial del aroma (1-10)
7
6
5
4
3
2
1
0
Melisa
Melisa +
aceite de melisa al 0,11%
Hinojo
Hinojo +
aceite de hinojo al 7,5 %

Fig. 1

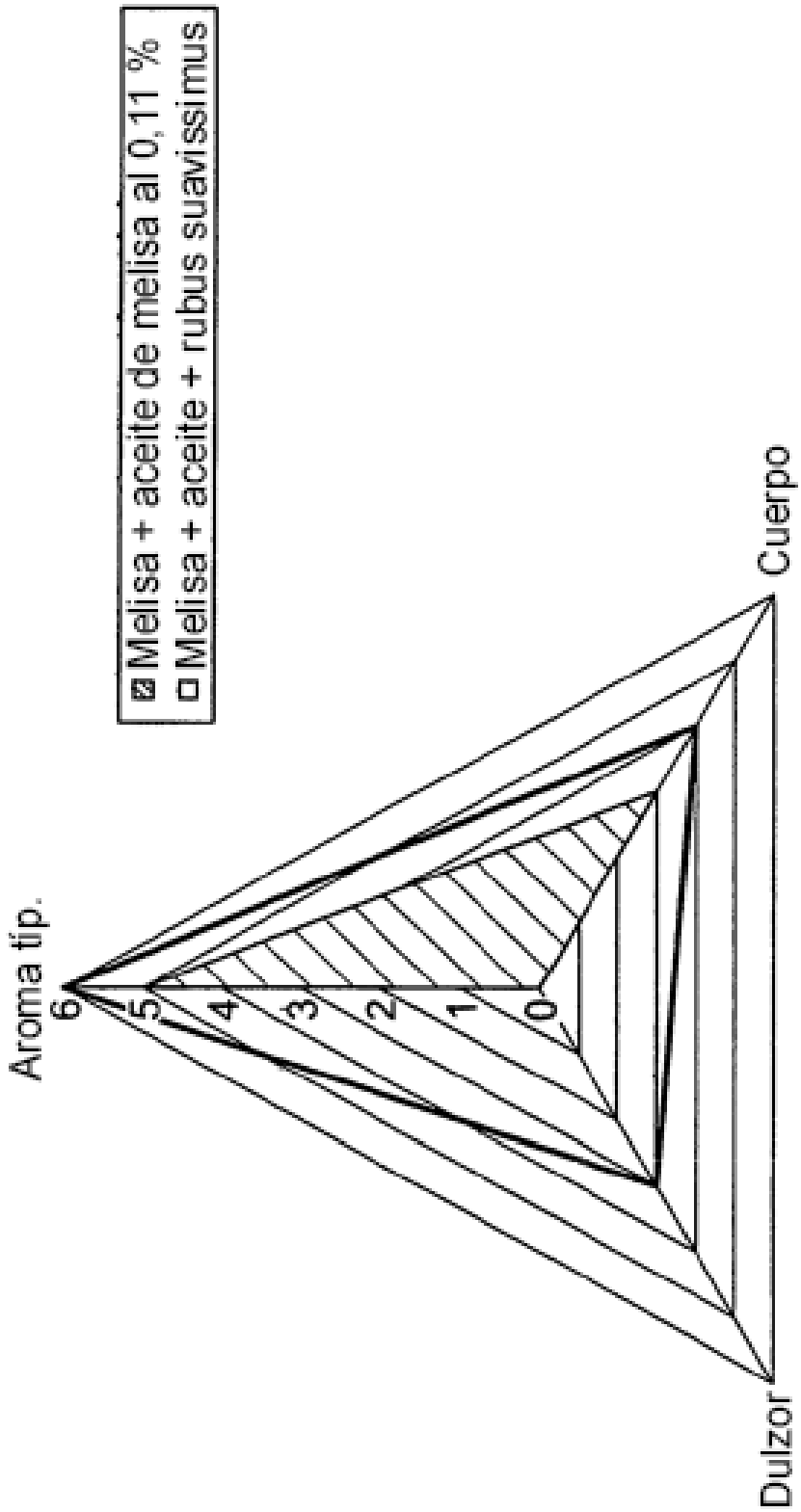
Melisa + aceite de melisa al 0,11 %
Melisa + aceite + rubus suavissimus
Aroma típ.
6
5
4
3
2
1
0
Cuerpo
Dulzor

Fig. 2