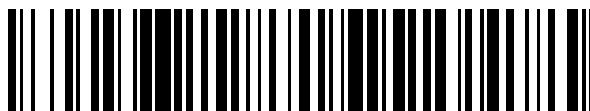


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 707 280**

51 Int. Cl.:

A23G 3/36 (2006.01)
A23G 3/48 (2006.01)
A23G 9/32 (2006.01)
A23G 9/42 (2006.01)
A23C 9/13 (2006.01)
A23P 10/25 (2006.01)
A23L 27/30 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.11.2010** **PCT/US2010/055960**
87 Fecha y número de publicación internacional: **19.05.2011** **WO11059954**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.11.2010** **E 10830582 (2)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.10.2018** **EP 2498625**

54 Título: **Granulación de un edulcorante a base de estevia**

30 Prioridad:

10.03.2010 US 720888
29.12.2009 US 290778 P
12.11.2009 US 260465 P
12.11.2009 US 260593 P
02.04.2010 US 753470

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
03.04.2019

73 Titular/es:

PURECIRCLE USA INC. (100.0%)
915 Harger Road Suite 250
Oak Brook, IL 60523-1492, US

72 Inventor/es:

PURKAYASTHA, SIDDHARTHA y
MARKOSYAN, AVETIK

74 Agente/Representante:

URÍZAR BARANDIARAN, Miguel Ángel

ES 2 707 280 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

Granulación de un edulcorante a base de estevia

Objeto de la invención

5

[0001] La invención se refiere a un proceso de compactación y granulación de glucósidos dulces individuales o combinados extraídos de la planta *Stevia rebaudiana Bertoni*, más específicamente para producir un edulcorante granulado (no en polvo) que contenga compuestos edulcorantes de la *Stevia* con o sin otros ingredientes incluyéndose, sin carácter restrictivo, edulcorantes calóricos o no calóricos, modificadores del sabor e

10

Descripción de la técnica relacionada

[0002] Los edulcorantes de alta intensidad poseen un grado de dulzura que excede con mucho el de la sacarosa.

15

Se usan mucho en la preparación de alimentos y bebidas dietéticos o hipocalóricos. Aunque los edulcorantes calóricos naturales como la sacarosa, la fructosa y la glucosa proporcionan el sabor más agradable para los consumidores, aportan calorías y aumentan el nivel de glucosa en sangre. Por su parte, los edulcorantes de alta intensidad fundamentalmente carecen de contenido calórico, no afectan al nivel de glucosa en sangre y tienen muy poco o ningún valor nutritivo.

20

[0003] Sin embargo, los edulcorantes de alta intensidad que se usan habitualmente como sustitutos del azúcar poseen características de sabor distintas a las de este, como un gusto dulce con un perfil temporal, una respuesta máxima respuesta, un perfil de sabor, una sensación en boca o un comportamiento adaptativo distintos. Por ejemplo, el sabor dulce de algunos edulcorantes de alta intensidad tarda más en percibirse y dura más que el del azúcar, por lo que cambia el equilibrio de sabores de los compuestos alimenticios. Debido a tales

25

diferencias, el uso de edulcorantes de alta intensidad para sustituir un edulcorante de uso tan masivo como el azúcar en un alimento o una bebida provoca un desequilibrio en su perfil temporal o de sabor. Si el perfil de sabor de los edulcorantes de alta intensidad se pudiera modificar para proporcionar características deseables de sabor similares, idénticas o casi idénticas a las del azúcar u otros edulcorantes naturales calóricos, entonces podrían ofrecerse bebidas y alimentos bajos en calorías con características de sabor más agradables para los

30

consumidores. Se han sugerido diversos ingredientes para conseguir un perfil temporal o de sabor similar al azúcar.

[0004] Por otro lado, los edulcorantes de alta intensidad pueden presentar ventajas funcionales y de costes en comparación con el azúcar. La rivalidad entre el azúcar y los edulcorantes de alta intensidad es grande en, por ejemplo, la industria de los refrescos, especialmente en los países donde se permite su uso y producción, así

35

como en los países donde el azúcar tiene un precio excesivamente elevado.

[0005] Actualmente se usan los edulcorantes de alta intensidad en todo el mundo. Pueden ser tanto sintéticos como de origen natural.

[0006] Entre los ejemplos no limitativos de edulcorantes sintéticos de alta intensidad se incluyen la sucralosa, el acesulfamo potásico, el aspartamo, el alitamo, la sacarina, los derivados sintéticos de la neohesperidina dihidrocalcona, el ciclamato, el neotamo, la dulcina, el suosán, el éster 1-metílico N-[N-[3-(3-hidroxi-4-metoxifenil)propil]-L- α -aspartil]-L-fenilalanina, el éster 1-metílico N-[N-[3-(3-hidroxi-4-metoxifenil)-3-metilbutil]-L- α -

40

aspartil]-L-fenilalanin, el éster 1-metílico N-[N-[3-(3-metoxi-4-hidroxifenil)propil]-L- α -aspartil]-L-fenilalanina, las sales de estos, y similares.

[0007] Entre los ejemplos no limitativos de edulcorantes naturales de alta intensidad se incluyen el esteviósido, el rebaudiósido A, el rebaudiósido B, el rebaudiósido C, el rebaudiósido E, el rebaudiósido F, el esteviolbiósido, el dulcósido A, el rubusósido, los mogrósidos, la brazeína, la neohesperidina dihidrocalcona (NHDC), el ácido glicirricínico y sus sales, la taumatina, la perillartina, la pernandulcina, los mucurociósidos, los baiyunósidos, el flomisósido I, el ácido dimetilhexahidrofluoren-dicarboxílico, los abrusósidos, la periandrina, los carnosiflósidos, los ciclocariósidos, los pterocariósidos, el polipodósido A, la brasilina, la hernandulcina, la filodulcina, la glicifilina, la floricina, la trilobatina, el dihidroflavonol, el 3-acetato de dihidroquercetina, la neoastilbina, el transcinamaldehído, la monatina sus sales, el selligueain A, la hematoxilina, la monelina, la osladina, el pterocariósido A, el pterocariósido B, la mabinlina, la pentadina, la miraculina, la curculina, la neoculina, el ácido clorogénico, la cinarina, el siamenósido y otros.

[0008] Los edulcorantes de alta intensidad se pueden obtener mediante la modificación de edulcorantes naturales de alta intensidad, por ejemplo por fermentación, tratamiento enzimático o derivatización.

[0009] Actualmente, se utilizan en todo el mundo aproximadamente once edulcorantes de alta intensidad. Son el acesulfamo potásico, el alitamo, el aspartamo, el ciclamato, la glicirricina, la NHDC, la sacarina, el esteviósido, la sucralosa, la taumatina, el neotamo y el rebaudiósido A.

[0010] Los edulcorantes de alta intensidad se pueden agrupar en tres generaciones. La primera generación, representada por el ciclamato, la glicirricina y la sacarina, tiene una larga tradición de utilización en alimentos. La segunda generación incluye el acesulfamo potásico, el aspartamo, la NHDC y la taumatina. El alitamo, el neotamo, la sucralosa, el esteviósido y el rebaudiósido A pertenecen a la tercera generación.

[0011] En la TABLA 1 se indica el poder edulcorante estándar asociado a cada edulcorante de alta intensidad. Sin embargo, cuando se utilizan en mezclas, dicho poder edulcorante puede variar significativamente.

TABLA 1

Poder edulcorante de los edulcorantes de alta intensidad	
Edulcorante	Poder edulcorante
Sacarosa	1
Acesulfamo potásico	200
Alitamo	2000
Aspartamo	200
Ciclamato	30
Glicirricina	50
NHDC	1000
Sacarina	300
Esteviósido	200
Rebaudiósido A	450
Taumatina	3000
Sucralosa	600

[0012] Por otra parte, los alimentos y bebidas «naturales» y «orgánicos» se han convertido en elementos muy importantes de la industria alimentaria. La combinación de los deseos de los consumidores, los avances en las

tecnologías de los alimentos y los nuevos estudios que relacionan la dieta con la aparición y la prevención de enfermedades ha generado una oportunidad sin precedentes para enfocar la salud pública a través de la dieta y el estilo de vida.

[0013] El número de consumidores conscientes de su capacidad para controlar su salud mejorando su salud actual o protegiéndose contra enfermedades futuras no deja de crecer. Esto genera una demanda de productos alimenticios con características mejoradas y beneficios para la salud asociados, y más concretamente marca una tendencia en el mercado de los alimentos y el consumo hacia un estilo de vida con «soluciones integrales en salud». El término «natural» presenta una gran emotividad en el mundo de los edulcorantes y se ha identificado como un término de confianza clave, junto con «integral», «saludable para el corazón» y «bajo en sodio». El término «natural» se relaciona estrechamente con «más saludable».

[0014] En este sentido, los edulcorantes naturales de alta intensidad pueden tener un mayor potencial comercial.

[0015] La *Stevia rebaudiana Bertoni* es un arbusto perenne de la familia de las *Asteraceae* (*Compositae*) autóctono de ciertas zonas de Sudamérica. Las hojas de la planta contienen entre un 10 % y un 20 % de glucósidos diterpénicos, los cuales son entre 150 y 450 veces más dulces que el azúcar. Las hojas se han usado tradicionalmente durante cientos de años en Paraguay y Brasil para endulzar los té y las medicinas locales.

[0016] Actualmente existen más de 230 especies de estevia con notables propiedades edulcorantes. La planta se ha cultivado con éxito en una amplia variedad de condiciones ambientales, desde las subtropicales de su hábitat originario hasta las de las frías latitudes septentrionales.

[0017] Los glucósidos de esteviol tienen cero calorías y se pueden utilizar en todos los casos en los que se utiliza el azúcar. Son ideales para las dietas de diabéticos y las dietas bajas en calorías. Además, los glucósidos de esteviol dulces poseen propiedades funcionales y organolépticas superiores a las de otros edulcorantes de alta intensidad.

[0018] El extracto de la planta *Stevia rebaudiana* contiene una mezcla de diferentes glucósidos diterpénicos dulces, que tienen una sola base, el esteviol, y difieren por la presencia de residuos de hidratos de carbono en las posiciones C13 y C19. Estos glucósidos se acumulan en las hojas de estevia y suponen aproximadamente entre el 10 % y el 20 % del peso total en seco. Normalmente, con respecto al peso en seco, los cuatro glucósidos principales que se encuentran en las hojas de estevia son el dulcósido A (0,3 %), el rebaudiósido C (0,6 %), el rebaudiósido A (3,8 %) y el esteviósido (9,1 %). Otros glucósidos que se han identificado en el extracto de estevia incluyen los rebaudiósidos B, C, D, E y F, el esteviolbiósido y el rubusósido. Entre los glucósidos de esteviol, solamente se han comercializado el esteviósido y el rebaudiósido A.

[0019] Solo se han estudiado bien las propiedades físicas y organolépticas del esteviósido y el rebaudiósido A. El poder endulzante del esteviósido es aproximadamente 210 veces mayor que el de la sacarosa, el del rebaudiósido A es de 200 a 400 veces mayor que el de la sacarosa, y el del rebaudiósido C y el dulcósido A es aproximadamente 30 veces mayor que el de la sacarosa. Se considera que el rebaudiósido A es, de entre los cuatro glucósidos de esteviol principales, el que tiene las mejores características organolépticas (TABLA 2).

TABLA 2

Propiedades físicas y organolépticas de los glucósidos de esteviol							
Nombre	Fórmula	T _{fusión} , °C	Peso molecular	Rotación óptica [α] ²⁵ D (H ₂ O,	Solubilidad en agua %	Dulzor relativo	Tipo de sabor

				1%, w/v)			
Esteviol	C ₂₀ H ₃₀ O ₃	212-213	318.45	ND	ND	ND	Muy amargo
Esteviolmonósido	C ₂₆ H ₄₀ O ₈	ND	480.58	ND	ND	ND	ND
Esteviósido	C ₃₈ H ₆₀ O ₁₈	196-198	804.88	-39.3	0.13	210	Amargo
Rebaudiósido A	C ₄₄ H ₆₀ O ₂₃	242-244	967.01	-20.8	0.80	200-400	Menos amargo
Rebaudiósido B	C ₃₈ H ₆₀ O ₁₈	193-195	804.88	-45.4	0.10	150	Amargo
Rebaudiósido C	C ₄₄ H ₇₀ O ₂₂	215-217	951.01	-29.9	0.21	30	Amargo
Rebaudiósido D	C ₅₀ H ₈₀ O ₂₈	248-249	1129.15	-29.5 (etanol)	1.00	220	Como la sacarosa
Rebaudiósido E	C ₄₄ H ₇₀ O ₂₃	205-207	967.01	-34.2	1.70	170	Como la sacarosa
Rebaudiósido F	C ₄₃ H ₆₈ O ₂₂	ND	936.99	-25.5 (metanol)	ND		
Dulcósido A	C ₃₈ H ₆₀ O ₁₇	193-195	788.87	-50.2	0.58	30	Muy amargo
Esteviolbiósido	C ₃₂ H ₅₀ O ₁₃	188-192	642.73	-34.5	0,03	90	Desagradable
Rubusósido	C ₃₂ H ₅₀ O ₁₃	ND	642.73	642.73	ND	110	Muy amargo

[0020] Existen varias publicaciones sobre la purificación de algunos glucósidos de esteviol individuales.

[0021] Varias patentes describen el proceso genérico que se puede usar para elaborar el extracto de estevia:

Patente estadounidense nº 3,723,410; Patente estadounidense nº 4,082,858; Patente estadounidense nº 4,171,430; US. Pat. No. 4,361,697; Patente estadounidense nº 4,599,403; Patente estadounidense nº 4,892,938; Patente estadounidense nº 5,112,610; Patente estadounidense nº 5,962,678; U.S. Pat. No 5,972,120; Patente estadounidense nº 6,031,157; Patente estadounidense nº 6,080,561; Patente estadounidense nº 7,807,206; Patente japonesa nº 01-131191; Patente japonesa núm. 01-95739; WO 2006/072879; WO 2006/083838; y Prakash *et al.*, *Food and Chemical Toxicology*, Vol. 46, Is. 7, Sup. 1, Páginas 575-582.

[0022] Generalmente, la producción de extracto de estevia incluye la extracción de material vegetal con agua o una mezcla de agua y solvente orgánico, la precipitación de sustancias con un peso molecular elevado, la desionización y decoloración, la purificación en adsorbentes poliméricos macroporosos específicos, la concentración y el secado.

[0023] Los glucósidos de las hojas se pueden extraer usando agua o un solvente orgánico. Se han descrito también la extracción de fluidos supercrítica y la destilación por vapor. En la literatura científica se describen también los métodos para recuperar los glucósidos diterpénicos dulces de la *Stevia rebaudiana* empleando la tecnología de membranas junto con agua o solventes orgánicos, como el metanol y el etanol.

[0024] El extracto de estevia se seca por pulverización o tecnología de secado al vacío para evaporar la humedad y los solventes procesables del extracto. El polvo resultante contiene partículas muy finas con muy poca humedad y baja densidad aparente, lo que lo hace muy complicado de manejar durante el proceso de aplicación a los alimentos.

[0025] Para superar las dificultades asociadas con el polvo y el pequeño tamaño de las partículas, se usa la tecnología de aglomeración a fin de reducir la naturaleza peligrosa de las partículas de polvo y la dificultad que conlleva manejarlas. Sin embargo, la tecnología de aglomeración más comercial o industrial requiere el uso de un aglutinante, que puede ser agua o una solución de moléculas adhesivas.

[0026] El empleo de la tecnología de aglomeración húmeda, en la que se usa un aglutinante húmedo, puede afectar negativamente a las características físicas y químicas de las moléculas de estevia, especialmente la solubilidad del extracto de estevia. La presente invención puede proporcionar una forma física de edulcorante a base de estevia más fácil de usar para el consumidor y que reduce el polvo o los finos sin cambiar de forma sustancial las características físicas y químicas de las distintas moléculas del edulcorante de estevia.

[0027] Para aumentar el perfil endulzante y reducir el regusto de los edulcorantes de alta intensidad, pueden combinarse varios ingredientes para aplicarse a alimentos y bebidas particulares. La presente invención ayuda también a mezclar el edulcorante de alta intensidad y uno o más ingredientes en una proporción calibrada con forma de partículas granuladas, lo que es ventajoso para el consumidor y para el proceso.

[0028] Debido a las propiedades físico-químicas de los edulcorantes de estevia, no todas las técnicas de granulación o aglomeración son adecuadas para producir compuestos con las propiedades deseadas. En particular, se sabe que el rebaudiósido A muestra lo que se conoce como polimorfismo (Zell *et al.*, "Investigation of Polymorphism in Aspartame and Neotame Using Solid-State NMR Spectroscopy." Tetrahedron 56(6603-6616), 2000). Las formas amorfa, anhidra y solvata del rebaudiósido A difieren mucho entre sí en términos de solubilidad, que es uno de los principales criterios para la viabilidad comercial de un edulcorante. A este respecto, como se muestra en la tabla 3, la forma hidratada del rebaudiósido A muestra la menor solubilidad (Prakash *et al.*, "Development of rebiana, a natural, non-caloric sweetener." Food Chem. Toxicol. 46(S75-S82), 2008). Se demostró que el rebaudiósido A puede transformarse de un polimorfo a otro bajo ciertas condiciones (Solicitud de patente estadounidense 11/556,049) tal y como se resume en la tabla 3. Por lo tanto, los procesos empleados en la producción de rebaudiósido A deberían minimizar la formación de formas con características no deseadas. Muchas técnicas de aglomeración que permiten el contacto de un solvente con el rebaudiósido A pueden facilitar la formación de formas solvatas con características no deseadas. En caso de que una solución de agua o de que una mezcla con agua entre en contacto con el rebaudiósido A podrá obtenerse una forma hidratadas, la cual se caracteriza por ser la forma con la menor solubilidad.

TABLA 3

Propiedades de las formas de rebaudiósido A (Solicitud de patente estadounidense 11/556,049)				
	Formas polimorfas			
	Forma 1 hidratada	Forma 2 anhidra	Forma 3 solvata	Forma 4 amorfa
Tasa de disolución en H ₂ O at 25°C	Muy baja (<0.2% en 60 minutos)	Intermedia (<30% en 5 minutos)	Alta (>30% en 5 minutos)	Alta (>35% en 5 minutos)
Contenido de alcohol	<0.5%	<1%	1-3%	<0.05%
Contenido de humedad	>5%	<1%	<3%	6.74%

[0029] Además, muchos procesos emplean aglutinantes u otros compuestos auxiliares que aparecen en el producto final, lo que reduce de forma no deseada el contenido del ingrediente principal.

[0030] Por tanto, hay una necesidad significativa de que cualquier proceso de elaboración de rebaudiósido A granulado o aglomerado, u otros glucósidos de esteviol, tengan preferentemente una solubilidad alta y que contengan una cantidad o concentración significativa o maximizada del compuesto principal.

[0031] La Solicitud de patente estadounidense 10/108,561 describe un método para producir almidón de maíz granulado combinando el almidón con fluido de granulación, sometiendo la mezcla al tamizado húmedo, al

secado y al dimensionamiento. Se observa que la adición de fluidos de granulación en el caso de los edulcorantes de estevia y del rebaudiósido A facilitará la formación de polimorfos de baja solubilidad, lo que a cambio reducirá la solubilidad final del compuesto final.

[0032] La Solicitud de patente estadounidense 11/873,610 expone un método para producir compuestos edulcorantes granulados que comprenden poliol poco soluble y dextrina hidrogenada. Se observa que si se incluyen compuestos auxiliares en una mezcla se reduce el contenido del principio activo.

[0033] La Solicitud de patente estadounidense 11/979,530 describe un método para producir granulados a partir de polvo sometándolo a una fuerza de compactación a fin de crear una masa compacta compuesta por una mezcla de partículas finas y gránulos, y separando las partículas finas de los gránulos atrapando las partículas finas en una corriente de gas.

[0034] La Patente estadounidense 6,706,304 describe un método para preparar edulcorante granulado compuesto de aspartamo y acesulfamo potásico como principios activos. La mezcla de estos ingredientes se depositó en un granulador de tipo compactador de rodillo para obtener un compuesto edulcorante granulado. Se observa que, debido al polimorfismo de los edulcorantes de estevia y del rebaudiósido A, pueden generarse formas con poca solubilidad durante ese proceso, lo que resultará en un compuesto final con una solubilidad baja, lo cual no es lo deseable.

Resumen de la invención

[0035] La presente invención se refiere a un método para producir edulcorante que comprende los pasos descritos en la reivindicación 1. En las reivindicaciones siguientes, de la 2 a la 9, se describen características ventajosas adicionales. La invención se refiere a un método para producir edulcorante que comprende los pasos de proporcionar un polvo edulcorante de estevia, reducir el tamaño de las partículas del polvo edulcorante de estevia, tratar el polvo edulcorante de estevia bajo presión reducida y a temperatura elevada, enfriar el polvo edulcorante de estevia tratado, y dejar reposar el polvo edulcorante de estevia de alta solubilidad a baja temperatura para obtener un polvo edulcorante de estevia de alta solubilidad con solubilidad incrementada.

[0036] En adelante, a menos que se especifique de otro modo, la solubilidad de cualquier material se determinará en agua por ósmosis inversa a temperatura ambiente. Cuando la solubilidad se exprese con “%”, se entenderá como el número de gramos de material soluble por 100 gramos de solvente.

[0037] La invención, tal y como se define en la reivindicación 1, describe la compactación mediante rodillo de un edulcorante, que empieza con un polvo edulcorante de gran solubilidad e introduce el polvo edulcorante de gran solubilidad en un dispositivo de compactación por rodillo para producir un material compacto, después introduce el material compacto en un dispositivo de reducción de tamaño para obtener una mezcla granulada y pasa la mezcla granulada a través de tamices de varios tamaños para obtener un edulcorante granulado de estevia.

[0038] Se explica aquí como edulcorante de estevia granulado.

[0039] Se entiende que tanto la descripción general que sigue como la descripción detallada posterior se ofrecen a modo de ejemplo y explicación, y su objeto es proporcionar más detalles sobre el invento tal y como se reivindica.

Breve descripción de los dibujos

[0040] Los dibujos que acompañan al documento se incluyen para proporcionar una mejor comprensión de la invención. Los dibujos ilustran formas de realización de la invención y junto con la descripción sirven para explicar los principios de las formas de realización de la invención.

[0041] El DIB. 1 muestra la distribución de tamaños de las partículas de un polvo de rebaudiósido A de alta solubilidad preparado de acuerdo con una de las formas de realización de la invención.

Descripción detallada de la invención

[0042] En este documento se describe un proceso para granular un edulcorante de estevia, específicamente el rebaudiósido A. El proceso incluye los pasos de reducir el tamaño de las partículas de un compuesto de rebaudiósido A, secar las partículas de rebaudiósido A usando un proceso de tratamiento térmico, dejar reposar las partículas de rebaudiósido A en gas nitrógeno, compactar las partículas y luego granularlas hasta que tengan la dimensión de malla deseada. El compuesto granulado resultante de rebaudiósido A presenta una solubilidad superior y se manipula mejor en comparación con otros compuestos de rebaudiósido A. Aunque la siguiente descripción se ocupa del rebaudiósido A, se entiende que el proceso y los métodos descritos en el presente documento son aptos también para cualquier tipo de edulcorante de estevia.

[0043] El rebaudiósido A cristalino tiene muy poca solubilidad de forma inherente, entre el 1 % y el 2 %. Tal y como se explica arriba, el rebaudiósido A presenta polimorfismo, lo que da como resultado una diversidad de formas con características y propiedades de manipulación muy diferentes. La forma hidratada tiene muy poca solubilidad (menos del 0,2 %) y por tanto no es viable comercialmente como edulcorante. La forma solvata tiene una solubilidad normalmente superior al 30 %, pero esta forma solamente tiene interés científico y no se puede usar para alimentos ni bebidas porque el nivel de alcohol residual (1-3 %) desaconseja su uso en alimentos y bebidas. La forma anhidra tiene, según la literatura científica, una solubilidad máxima de hasta un 30 %. La forma amorfa generalmente tiene una solubilidad superior al 35 %, pero en el proceso de refinado tiene que disolverse en agua y secarse por pulverización. El proceso de secado por pulverización precisa del uso de soluciones muy diluidas, y el propio secado por pulverización es un proceso que gasta mucha energía, así que no es una opción viable para la producción comercial de rebaudiósido A.

[0044] En consecuencia, existe la necesidad de un proceso en el que se obtenga rebaudiósido A de alta solubilidad mediante un proceso que no requiera una disolución significativa ni mucha energía, y que no dé como resultado un producto que contenga niveles inaceptables de alcohol. El proceso de la presente invención alcanza esos objetivos creando una forma de rebaudiósido A con un alto grado de solubilidad, pero sin la disolución, el coste o el alto contenido de alcohol asociados con otros procesos.

[0045] En una forma de realización de la presente invención, un material inicial compuesto de glucósidos dulces del extracto de la planta *Stevia rebaudiana Bertoni*, entre los que se incluyen el esteviósido, el rebaudiósido A, el rebaudiósido B, el rebaudiósido C, el rebaudiósido E, el rebaudiósido F, el esteviolbósido, el dulcósido A el rubusósido, o una mezcla de estos, se sometió a una reducción del tamaño de las partículas para producir un polvo con un tamaño medio por partícula de entre 20 y 60 μm , y preferentemente entre 25 y 40 μm . El polvo con partículas de un tamaño de menos de 20 μm presenta poca fluidez, lo que reduce la eficiencia del proceso, mientras que las partículas de más de 60 μm dan como resultado un producto con poca solubilidad. Para este

proceso se puede usar cualquier dispositivo que reduzca el tamaño de las partículas de una sustancia sólida, como un molino rotatorio, un molino de bolas, un pulverizador, etc.

[0046] El polvo así obtenido se somete a un proceso de tratamiento término al vacío a una presión de entre 0 y 100 mbar, y preferentemente a una presión de entre 5 y 15 mbar. La duración del tratamiento término es de 1 a 24 horas, y preferentemente de entre 2 y 6 horas. La temperatura del tratamiento término es de entre 90 °C y 130 °C, y preferentemente de entre 100 °C y 110 °C. El polvo se somete al tratamiento térmico por un período de tiempo y a una temperatura suficientes para evaporar toda el agua del material sin degradar significativamente el producto.

[0047] Al completar el tratamiento térmico, el nitrógeno precalentado se introduce en la cámara de vacío para igualar la presión de la cámara con la presión ambiental. La temperatura del nitrógeno precalentado en este paso de introducción del nitrógeno es unos 5 °C más baja que la temperatura del tratamiento térmico. La cámara de vacío está conectada a un respiradero que evita un aumento excesivo de la presión. El flujo de nitrógeno se mantiene a una velocidad igual a 1/10 del volumen de la cámara de vacío por minuto. La temperatura del nitrógeno disminuye gradualmente hasta los 25 °C durante un período de entre 3 y 12 horas, y preferentemente de entre 4 y 6 horas. Las condiciones de conservación del nitrógeno se seleccionan para proporcionar condiciones de refrigeración uniformes y regulares.

[0048] El polvo de alta solubilidad se deja reposar en nitrógeno a una temperatura de entre 10 °C y 50 °C, y preferentemente entre 10 °C y 30 °C. Se ha descubierto que una temperatura inferior a 10 °C provoca la condensación de la humedad ambiental en el producto posteriormente durante el proceso, lo que da como resultado la forma hidratada de baja solubilidad del rebaudiósido A. Si el polvo se ha tratado con una temperatura superior a los 50 °C, resultará en una masa compacta sobrecalentada durante la compactación por rodillo que se enfriará rápidamente a temperatura ambiente tras la compactación y que proporcionará un producto de rebaudiósido A con poca solubilidad.

[0049] El propósito de este proceso es obtener una forma polimorfa del rebaudiósido A con gran solubilidad. El polvo de rebaudiósido A de alta solubilidad obtenido mediante este proceso tiene una solubilidad superior al 30 %, y preferentemente de al menos el 35 % o al menos el 40 %.

[0050] Tal y como se ha expuesto anteriormente, la forma anhidra de rebaudiósido A preparada convencionalmente presenta una solubilidad de hasta un 30 %, y la forma amorfa presenta una solubilidad que puede ser superior al 35 %, pero que debe diluirse más y secarse por pulverización cuando se refine. Antes de la presente invención no era posible proporcionar una forma de rebaudiósido A altamente soluble que fuese estable, fácil de refinar a gran escala y que no requiriese secado por pulverización o cualquier otro proceso de disolución durante el proceso de refinado con fines comerciales. Inesperadamente se descubrió que al emplear el proceso de la presente invención, incluido el tratamiento térmico del polvo de rebaudiósido A al vacío y el dejar en reposo el polvo en gas nitrógeno, seguido de una compactación seca por rodillo y de la granulación, se puede producir una forma estable y altamente soluble de rebaudiósido A.

[0051] Aunque no queremos limitarnos a la teoría, se cree que la forma altamente soluble de rebaudiósido A elaborado con la presente invención es una forma anhidra de rebaudiósido A con propiedades de solubilidad significativamente mejoradas en comparación con la forma anhidra convencional de rebaudiósido A, y que puede refinarse para granularlo sin la disolución ni el secado por pulverización requerido para refinar la forma amorfa de rebaudiósido A.

[0052] La granulación refina el polvo de rebaudiósido A de alta solubilidad de modo que sea apto para manipularlo con posterioridad, así como para uso industrial o para el consumo. La granulación seca tiene

numerosas ventajas sobre la aglomeración húmeda, como ser un proceso continuo capaz de reciclar gránulos sin especificar, no requerir ningún aglutinante adicional y no requerir ningún paso de secado adicional una vez que se ha granulado el producto.

[0053] El método de granulación es la compactación por rodillo, en la que el polvo se echa en dos rodillos que giran en sentido opuesto. El polvo que cae entre los rodillos se compacta debido a la fricción y se convierte en una hoja o capa de material. La compactación por rodillo reduce de forma inherente la solubilidad de los materiales. Por lo tanto, para conseguir un grado de solubilidad deseable en un producto granulado, se debe tener para empezar un material con una tasa de solubilidad alta antes de la compactación de modo que el material compactado y granulado resultante tenga la mayor solubilidad posible para cualquier material dado.

[0054] El material granulado preparado de acuerdo con la presente invención proporciona un producto con características favorables, como la solubilidad, la distribución del tamaño de las partículas y la pureza. De hecho, se ha descubierto que la tasa de disolución de las partículas granuladas de alta solubilidad de rebaudiósido A de la presente invención es mayor en realidad, e incluso bastante mayor que la tasa de disolución del polvo de rebaudiósido A de alta solubilidad antes de la compactación por rodillo. Aunque no queremos limitarnos a la teoría, se cree que el proceso de granulación de la presente invención mejora la dispersibilidad del rebaudiósido A de alta solubilidad, lo que da como resultado una tasa de disolución más rápida.

[0055] Durante la compactación, si la presión del rodillo es muy baja, puede producir que se formen gránulos «suelos» con poca estabilidad mecánica. Si la presión del rodillo es muy alta, puede producir que se forme material «sobrecompactado» con una tasa de disolución más lenta. La velocidad del rodillo era de entre 5 y 20 rpm, y preferentemente de entre 7 y 10 rpm, aunque lo mejor serían 9 rpm. La presión del rodillo era de entre 10 y 60 bares, y preferentemente de entre 30 y 50 bares, aunque lo mejor serían 45 bares.

[0056] La solubilidad de un material seco se ve afectada por diversos factores, incluyéndose la densidad del material. Se descubrió que los valores de densidad apropiados que proporcionaban los valores de solubilidad deseados van desde 0,35 hasta 0,45 g/cc tras la compactación por rodillo.

[0057] El rebaudiósido A compactado puede procesarse después mediante un dispositivo de granulación. En una forma de realización, el dispositivo contenía dos granuladores: un pregranulador y un granulador de finos. El objeto de los granuladores es generar gránulos a partir de material compacto producido por el compactador de rodillo. Cada granulador está equipado con rotores que presionan el material grueso a través de un tamiz en forma de U. Si el tamaño del tamiz es demasiado pequeño, habrá una cantidad excesiva de partículas finas. Si el tamaño del tamiz es demasiado grande, se producirán partículas grandes con una tasa de disolución menor.

[0058] En una forma de realización, los rotores giraban a una velocidad de entre 50 y 2000 rpm, y preferentemente a entre 100 y 200 rpm, aunque lo mejor sería 150 rpm. Los granuladores disponían de tamices cuyos tamaños iban de los 0,5 a los 6,0 mm, y preferentemente entre 1 y 4 mm, aunque lo mejor sería unos 3,1 mm para el pregranulador y unos 1,6 mm para el granulador de finos.

[0059] El producto de rebaudiósido A granulado resultante de esta forma de realización se pasó por los tamices de las mallas estadounidenses números 8, 10, 14, 20, 40 y 60. Los resultados se muestran en la tabla 4.

TABLA 4

Distribución del tamaño de las partículas		
Micras	Malla estadounidense núm.	% retenido
2380	8	0
2000	10	0,1

1410	14	26,3
841	20	39,5
400	40	24,8
250	60	6,5

[0060] En torno al 2,8 % del material pasó por el tamiz de 250 micras (malla estadounidense núm. 60).

[0061] El edulcorante granulado de rebaudiósido A obtenido mediante el método de la presente invención tiene una solubilidad que va desde el 1,0 % hasta más del 40 %.

5 **[0062]** En una forma de realización de la invención, el polvo de rebaudiósido A de alta solubilidad puede mezclarse con otros ingredientes para producir una mezcla de rebaudiósido A antes de la granulación. El polvo de rebaudiósido A de alta solubilidad puede mezclarse con otros ingredientes para lograr la distribución adecuada de todos los ingredientes en el producto final. Entre los ejemplos no limitativos de otros ingredientes que se pueden combinar con el polvo de rebaudiósido A de alta solubilidad antes de la granulación se incluyen
10 los edulcorantes sintéticos y naturales de alta intensidad ya mencionados; los edulcorantes naturales como la sacarosa, la fructosa, la glucosa, la maltosa, la lactosa, la tagatosa y la palatinosa; los alcoholes de azúcar como el eritritol; los intensificadores del sabor como las especias y los extractos; los modificadores del sabor como la taumatina, la glicirricina, el rebaudiósido C y el rebaudiósido D; los espesantes o modificadores de la sensación en boca como el Fibersol®, la fibra de maíz soluble, la goma arábica, la pectina, los isomalto-oligosacáridos y las
15 combinaciones de estos.

[0063] Se ha descubierto que al equilibrar el uso de otros ingredientes en combinación con el rebaudiósido A, el sabor y el perfil temporal del edulcorante resultante se puede mejorar. Por ejemplo, aunque no queremos limitarnos a la teoría, se cree que el usar una pequeñísima cantidad de un agente modificador del sabor puede servir para saturar o bloquear papilas gustativas específicas durante la primera parte de la ingesta, lo que evitaría
20 que esas papilas gustativas enviasen señales específicas de sabor al cerebro durante la ingesta del resto de la bebida o de la comida. El propio agente modificador del sabor puede tener un alto grado del sabor en cuestión, como el amargor, el cual se bloquearía saturando los receptores de la lengua con se sabor.

[0064] El perfil de dulzor del rebaudiósido A puede mejorarse también con el uso del azúcar, ya sea de caña o de remolacha. Aunque el azúcar y los edulcorantes de estevia tienen distintas características de fundición y
25 solubilidad, se cree que el uso del proceso de granulación mediante compactación en seco por rodillo de la presente invención da como resultado un azúcar bajo en calorías que contiene una composición uniforme de edulcorante y que se dispersa de forma consistente al emplearse en las bebidas o en los alimentos.

[0065] Los siguientes ejemplos ilustran varias formas de realización de la invención. Se sobreentenderá que la invención no se limita a los materiales, las proporciones, las condiciones y los procesos expuestos en los
30 ejemplos, que se proporcionan únicamente a título ilustrativo.

EJEMPLO 1

Preparación de rebaudiósido A de alta solubilidad

35 **[0066]** 100 kg de rebaudiósido A que contienen un 0,2 % de esteviósido, un 0,2 % de rebaudiósido C, un 0,3 % de rebaudiósido F, un 97,5 % de rebaudiósido A, un 1,1 % de rebaudiósido D y un 0,5 % de rebaudiósido B. Todos los porcentajes son en base al peso en seco. La solubilidad en agua es del 1,6 %. Se colocó en un molino

de cuchillas giratorias y se pulverizó durante 20 minutos. El polvo resultante fue analizado por el analizador de tamaños de partículas por difracción láser de Beckman Coulter LS 13 320. Los resultados se resumen en la tabla 5.

5 TABLA 5

Resultados del análisis por difracción láser del polvo	
Modo de funcionamiento	Estadísticas de volumen
Cálculos:	de 0,375 μm a 2000 μm
Media:	31,07 μm
Media:	23,11 μm
Media/Índice medio:	1.344
Modo:	50,22 μm
D. E.:	27,15 μm
Varianza:	737,4 μm^2
C. V.:	87,4 %
<i>Distribución</i>	
<10 %	3,356 μm
<25 %	10,11 μm
<50 %	23,11 μm
<75 %	45,76 μm
<90 %	70,19 μm

[0067] El polvo obtenido se cargó en un secador de vacío rotatorio de 1000 L y se secó a 105 °C a 10 mbar de presión durante tres horas. Después de tres horas, el nitrógeno precalentado a 100 °C se introdujo en la cámara de vacío hasta alcanzar la presión ambiental. Al alcanzar la presión ambiental, el secador de vacío se conectó a un respiradero y el flujo de nitrógeno continuó a 100 L/min durante un período de cuatro horas. La temperatura del nitrógeno disminuyó gradualmente en decrementos de 5 °C hasta alcanzar los 25 °C en el curso del período de cuatro horas. Del secador se extrajo una muestra del polvo y se probó la solubilidad en agua desionizada a temperatura ambiente. La solubilidad fue del 41,1 % y el tiempo de disolución fue de siete minutos. La distribución del tamaño de las partículas del polvo de rebaudiósido A de alta solubilidad se muestra en el DIB. 1.

15 EJEMPLO 2

Granulación del rebaudiósido A

[0068] Se colocaron 50 kg de rebaudiósido A de alta solubilidad preparados según el EJEMPLO 1 en una mezcladora de tambor de doble cono de 500 L, a la que se le suministró nitrógeno a 10 °C durante una hora. El polvo se traspasó a un compactador de rodillo Alexanderwerk WP 50N/75. El compactador estuvo funcionando a 9 rpm y a una presión de 45 bares. La masa compactada se pasó a un pregranulador y a un granulador de finos con rotores girando a 150 rpm. El tamaño del tamiz del pregranulador era de 3,1 mm y el del granulador de finos era de 1,6 mm. Los «bastos» (partículas demasiado grandes) y los «finos» (partículas que son demasiado pequeñas) se separaron mediante un tamiz superior con

un tamaño de 2000 micras (malla estadounidense 10) y un tamiz inferior de 400 micras (malla estadounidense 40). El porcentaje de «bastos»:«producto»:«finos» fue 0,3 %:72,1 %:27,6 % respectivamente.

EJEMPLO 3

5

Granulación del rebaudiósido A

[0069] Siguiendo el procedimiento del EJEMPLO 2, se granularon 50 kg de rebaudiósido A de alta solubilidad preparados según el EJEMPLO 1. El compactador estuvo funcionando a 18 rpm y a una presión de 65 bares. La masa compactada se pasó a un pregranulador y a un granulador de finos con rotores girando a 300 rpm. El tamaño del tamiz del pregranulador era de 5 mm y el del granulador de finos era de 3 mm.

10

EJEMPLO 4

15 Granulación del rebaudiósido A

[0070] Siguiendo el procedimiento del EJEMPLO 2, se granularon 50 kg de rebaudiósido A de alta solubilidad preparados según el EJEMPLO 1. El compactador estuvo funcionando a 9 rpm y a una presión de 45 bares. La masa compactada se pasó a un pregranulador y a un granulador de finos con rotores girando a 150 rpm. El tamaño del tamiz del pregranulador era de 2 mm y el del granulador de finos era de 0,5 mm. Los «bastos» y los «finos» se separaron mediante un tamiz superior de malla estadounidense núm. 10 y un tamiz inferior de malla estadounidense núm. 40. El rendimiento del producto fue del 34 %, mientras que el 66 % del producto pasó por el tamiz de 400 micras (malla estadounidense núm. 40). El posterior tamizado del material que pasó por un tamiz de 400 micras (malla estadounidense núm. 40) y por uno de 177 micras (malla estadounidense núm. 80) dio como resultado que el 28 % del polvo pasara por el tamiz de 177 micras (malla estadounidense núm. 80).

20

25

EJEMPLO 5

Tasa de disolución del rebaudiósido A de alta solubilidad

30

[0071] Se emplearon cuatro tandas de polvo de rebaudiósido A de alta solubilidad para preparar el producto granulado usando la tecnología de compactación por rodillo tal y como se ha expuesto previamente. Todas las muestras en polvo y granuladas se pusieron a prueba para comprobar su solubilidad y su tiempo de dispersión. Las pruebas se realizaron echando 5,0 g de rebaudiósido A de alta solubilidad en polvo o granulado en 500 ml de agua a temperatura ambiente. Después se agitó la mezcla con un agitador magnético para crear un remolino y que se mezclase adecuadamente. Se cronometró la tasa de disolución desde el mismo momento en que el rebaudiósido A de alta solubilidad se añadía directamente al agua arremolinada. Los datos, resumidos en la tabla 6, mostraron que la granulación redujo el tiempo de disolución (el tiempo para tener una solución clara) sin ninguna pérdida de solubilidad.

35

TABLA 6

Tiempos y tasas de disolución del rebaudiósido A de alta solubilidad en polvo y granulado					
Tanda	Tiempo de disolución (polvo)	Tasa de disolución (polvo)	Tiempo de disolución (granulado)	Tasa de disolución (granulado)	% incremento de tasa del polvo
1	7 min 11 seg	0,70 g/min	6 min 35 seg	0,76 g/min	8,6 %
2	10 min 5 seg	0,50 g/min	4 min 41 seg	1,07 g/min	114 %
3	8 min 35 seg	0,58 g/min	5 min 36 seg	0,90 g/min	55 %
4	13 min 12 seg	0,38 g/min	5 min 11 seg	1,00 g/min	163 %

5 **[0072]** El proceso de la presente invención dio como resultado un rebaudiósido polimorfo único que presentó un grado de solubilidad en agua inesperadamente más alto que otras formas polimórficas. Aunque las formas de realización precedentes describen el uso de rebaudiósido A, se entiende que puede usarse y prepararse cualquier edulcorante de estevia de acuerdo con esta invención y que todos los edulcorantes de estevia se contemplan dentro del ámbito de la presente invención.

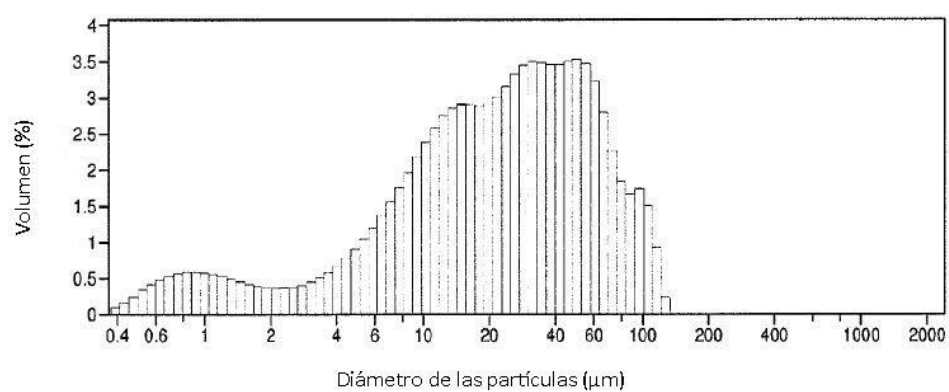
REIVINDICACIONES

1. Un método para producir edulcorante que comprende los siguientes pasos:
 A) proporcionar un polvo de edulcorante de estevia;
 5 B) reducir el tamaño de las partículas del polvo de edulcorante de estevia;
 C) someter el polvo de edulcorante de estevia a una presión reducida de entre 0 y 0,01 MPa (0-100 mbar), a una temperatura elevada de entre 90 °C y 130 °C durante un período de 1 a 24 horas;
 D) enfriar el polvo de edulcorante de estevia;
 E) dejar reposar el polvo de edulcorante de estevia frío en nitrógeno a una temperatura de entre 10 °C y 50 °C
 10 para obtener un polvo de edulcorante de estevia de alta solubilidad con una solubilidad incrementada de al menos 30 g por 100 g de agua, determinada en agua por ósmosis inversa a una temperatura ambiente de entre 10 °C y 50 °C; y
 F) introducir el polvo de edulcorante de estevia de alta solubilidad en un dispositivo de compactación por rodillo que funcione a entre 5 rpm y 20 rpm y con una presión de rodillo de entre 1 MPa (10 bares) y 6 MPa (60 bares)
 15 para producir un material compacto; introducir el material compacto en un dispositivo de reducción de tamaño para obtener una mezcla granulada; y pasar la mezcla granulada por tamices de diversos tamaños para obtener un edulcorante de estevia granulado con una tasa de disolución mayor que la tasa de disolución del polvo de estevia de alta solubilidad.
- 20 2. Un método según la reivindicación 1, **caracterizado porque** la tasa de disolución del edulcorante de estevia granulado es de al menos 0,75 gramos por minuto.
3. Un método según la reivindicación 1, **caracterizado porque** el edulcorante de estevia se selecciona de un grupo formado por el esteviósido, el rebaudiósido A, el rebaudiósido B, el rebaudiósido C, el rebaudiósido E, el
 25 rebaudiósido F, el esteviolbiósido, el dulcósido A, el rubusósido o una mezcla de estos.
4. Un método según la reivindicación 1, **caracterizado porque** enfriar el polvo de estevia tratado incluye introducir gas nitrógeno precalentado en una cámara de vacío y reducir la temperatura de dicho gas de forma gradual.
 30
5. Un método según la reivindicación 1 que incluye además el paso de combinar el polvo de edulcorante de estevia con un ingrediente adicional antes de introducir el polvo en el dispositivo de compactación por rodillo.
6. El método de la reivindicación 5, **caracterizado porque** el ingrediente adicional se selecciona de un grupo
 35 formado por un edulcorante de alta intensidad, un edulcorante natural, un alcohol de azúcar, un agente aromatizante, un intensificador del sabor, un modificador del sabor, un espesante o una combinación de estos.
7. Un método según la reivindicación 1, **caracterizado porque** el dispositivo de reducción de tamaño comprende un conjunto de granuladores colocados secuencialmente y equipados con rotores que giran a entre 50 rpm y
 40 2000 rpm para obtener la mezcla granulada.

8. Un método según la reivindicación 7, **caracterizado porque** los tamices en forma de U tienen aberturas cuyo tamaño va de los 0,5 mm a los 0,6 mm.

5 9. Un método según la reivindicación 8, **caracterizado porque** comprende un primer granulador y un segundo granulador. El primer granulador está provisto de un tamiz en forma de U con aberturas de un tamaño de 3,1 mm y el segundo granulador está provisto de un tamiz en forma de U con aberturas de un tamaño de 1,6 mm.

FIG. 1 Distribución del tamaño de las partículas del polvo de rebaudiósido A de alta solubilidad



REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN

Esta lista de referencias citadas por el solicitante quiere únicamente ayudar al lector y no forma parte del documento de patente europea. Aunque se ha puesto un gran cuidado en su concepción, no se pueden excluir errores u omisiones y la OEB declina toda responsabilidad a este respecto.

5 Documentos de-patente citados en la descripción

- US 3723410 A [0021]
- US 4082858 A [0021]
- US 4171430 A [0021]
- US 4361697 A [0021]
- US 4599403 A [0021]
- US 4892938 A [0021]
- US 5112610 A [0021]
- US 5962678 A [0021]
- US 5972120 A [0021]
- US 6031157 A [0021]
- US 6080561 A [0021]
- US 7807206 B [0021]
- JP 1131191 A [0021]
- JP 1095739 A [0021]
- WO 2006072879 A [0021]
- WO 2006083838 A [0021]
- US 11556049 B [0028]
- US 10108561 B [0031]
- US 11873610 B [0032]
- US 11979530 B [0033]
- US 6706304 B [0034]

Literatura no-patente que se cita en la descripción

- **PRAKASH et al.** *Food and Chemical Toxicology*, vol. 46 (7), 575-582 [0021]
- **ZELL et al.** Investigation of Polymorphism in Aspartame and Neotame Using Solid-State NMR Spectroscopy. *Tetrahedron*, 2000, vol. 56, 6603-6616 [0028]
- **PRAKASH et al.** Development of rebiana, a natural, non-caloric sweetener. *Food Chem. Toxicol.*, 2008, vol. 46, S75-S82 [0028]