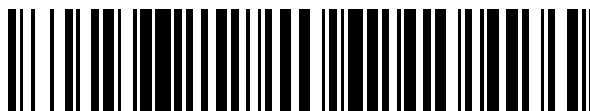


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 712 563**

51 Int. Cl.:

A23L 29/30 (2006.01)

A23L 27/30 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.02.2012** **PCT/US2012/024159**

87 Fecha y número de publicación internacional: **16.08.2012** **WO12109255**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.02.2012** **E 12705015 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.11.2018** **EP 2672839**

54 Título: **Método de fabricación de un edulcorante natural mejorado**

30 Prioridad:

08.02.2011 US 201161440512 P

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

13.05.2019

73 Titular/es:

**HEARTLAND CONSUMER PRODUCTS LLC
(100.0%)
14300 Clay Terrace Blvd., Suite 249
Carmel, IN 46032, US**

72 Inventor/es:

**CATANI, STEVEN J. y
NAVIA, JUAN L.**

74 Agente/Representante:

IZQUIERDO BLANCO, María Alicia

Observaciones:

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o
Bemerkungen) en el folleto original publicado por
la Oficina Europea de Patentes**

ES 2 712 563 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

Método de fabricación de un edulcorante natural mejorado

5 ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Campo de la invención

10 **[0001]** La presente invención se refiere a composiciones edulcorantes. Más particularmente, la presente invención se refiere a un método para elaborar un edulcorante natural que tiene atributos de sabor mejorados.

15 **[0002]** El documento US 2006/0142555 A1 describe un proceso para la producción de esteviósidos de *Stevia rebaudiana* Bertoni que incluye la extracción de material vegetal triturado inyectando directamente vapor en el extractor seguido de filtración para obtener un extracto acuoso y un tratamiento alcalino para eliminar los compuestos no deseados en la forma de precipitado.

Martelli A et al Flavor and Fragrance Journal, vol. 1, 3-7, (1985) describe el material vegetal secado por destilación al vapor de *Stevia rebaudiana* Bertoni y separando el destilado, que comprende aceites esenciales, en una columna de sílice para proporcionar fracciones enriquecidas de componentes menores de los aceites esenciales.

20 El documento US 2006/0003053 A1 describe un proceso para extraer jugo de material vegetal triturado que contiene terpenos glucósidos que incluye una etapa de separación, que podría filtrar extracto de jugo de residuos de sólidos vegetales.

El documento US 2008/0292764 A1 describe un método para purificar esteviósido mediante la cristalización de una composición de esteviósido sustancialmente pura a partir de una solución que comprende esteviósido en bruto.

25 El mercado de alimentos naturales está creciendo rápidamente a medida que cada más consumidores hacen una elección consciente para comprar productos alimenticios que son naturales. Para proteger y ayudar a los consumidores, agencias gubernamentales como la Agencia Canadiense de Inspección de Alimentos, han propuesto normas para garantizar el estado natural de varios ingredientes alimentarios.

30 **[0003]** Esta tendencia también es evidente en la categoría de edulcorante, donde los productos edulcorantes naturales están ganando popularidad. Muchos consumidores buscan edulcorantes naturales que les brinden el sabor dulce que desean con menos calorías que el azúcar.

35 **[0004]** Aún así, algunos edulcorantes de baja o alta intensidad se producen mediante tratamientos químicos (adición de carbonato de calcio, alúmina u otros productos químicos de clarificación), o tratamientos con resinas de intercambio iónico, o cristalización a partir de solventes de grado no alimentario. Estos métodos comúnmente utilizados no cumplen con las pautas reglamentarias sobre cómo se produce un edulcorante de sabor natural en muchos países.

40 **[0005]** Además, muchos han intentado usar diversos métodos para formular un edulcorante de mesa utilizando ingredientes naturales. A menudo, la formulación del producto se ha ajustado para tratar de ocultar o superar las percepciones de sabor indeseables inherentes al producto edulcorante natural. En muchos casos, el producto resultante ya no tiene un sabor natural. Más bien, los consumidores encuentran que algunos de estos productos tienen un sabor a caramelo artificial. Y en algunos casos, las notas de sabor y sabor indeseables, que a los consumidores no les gustan, siguen presentes.

45 **[0006]** Claramente, los consumidores quieren un producto edulcorante natural que tenga un sabor natural sin un sabor artificial y/o un sabor amargo.

BREVE RESUMEN DE LA INVENCION.

50 **[0007]** La presente invención se refiere a un método para preparar una composición edulcorante natural como se establece en la reivindicación 1. Las características preferidas del método se exponen en las reivindicaciones 2 a 10.

BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

55 **[0008]**

La Fig. 1 muestra un esquema típico de extractor de vapor;

60 La Fig. 2 representa un diagrama de flujo del proceso donde se procesa un extracto de acuerdo con una realización de la invención;

La Fig. 3 representa un diagrama de flujo del proceso donde se procesa un extracto de acuerdo con otra realización de la invención;

La Fig. 4 representa un diagrama de flujo del proceso donde se procesa un extracto de acuerdo con otra realización más de la invención;

65 La Fig. 5 representa un diagrama de flujo del proceso donde se procesa un extracto de acuerdo con otra realización más de la invención; y

La Fig. 6 representa un diagrama de flujo del proceso donde se procesa un producto fermentador de acuerdo con una realización de la invención.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

[0009] Como se usa en este documento, se entiende que un gramo de Sucrose Equivalent Sweetness ("SES") significa la cantidad de edulcorante de alta o baja intensidad que se necesita agregar a un vaso de agua de 236,8 cm³ (8 onzas) para proporcionar la misma dulzura que un vaso de agua independiente de 236,8 cm³ (8 onzas) que contiene un gramo de sacarosa. Por ejemplo, aproximadamente 1/250 g de rebaudiósido A será igual a aproximadamente un gramo de SES porque el rebaudiósido A es aproximadamente 250 veces más dulce que la sacarosa. De manera similar, aproximadamente 1/50 g de glicirricina proporcionará un gramo de SES porque la glicirricina es aproximadamente 50 veces más dulce que la sacarosa.

[0010] Como se usa en el presente documento, un edulcorante de baja intensidad proporciona entre 0,5 y 2 gramos de dulzor equivalente a sacarosa (SES) por gramo de sólidos. Otros edulcorantes derivados de plantas de baja intensidad incluyen eritritol, xilitol, maltitol, maltooligosacárido, manitol, sorbitol, tagatosa, glucosa, fructosa y sacarosa. Dado que algunos de estos son menos dulces que otros, las proporciones y la concentración de estos edulcorantes afectarán la calidad del dulzor del compuesto.

[0011] Como se usa en el presente documento, un "edulcorante de alta intensidad" suministra 50 gramos de SES o más por gramo de sólidos. Como se describe aquí, un edulcorante a base de plantas de alta intensidad podría ser el extracto o concentrado de la fruta Monk, también conocida como Luo Han Guo o *Stevia rebaudiana*.

[0012] Como se usa en el presente documento, se entiende que "a base de plantas" significa un compuesto o combinación de compuestos que proporcionan naturalmente el principio de dulzor en una planta. Además, se entiende que incluye edulcorantes modificados por medios enzimáticos o microbianos que dan como resultado un compuesto o combinación de compuestos que proporcionan naturalmente el principio de dulzor en una planta.

[0013] Los presentes inventores han ideado un método para fabricar una composición edulcorante natural, que produce un producto edulcorante de sabor natural. La composición edulcorante natural incluye un extracto de una mezcla cruda de al menos un compuesto edulcorante natural de alta intensidad a base de plantas, o la combinación de al menos un compuesto edulcorante natural de baja intensidad a base de plantas y al menos un compuesto edulcorante natural de alta intensidad a base de plantas. Estos componentes, junto con los componentes restantes de la composición, forman el extracto, que se trata mediante (a) extracción con vapor usando una columna de extracción con vapor, y (b) tratamiento del extracto o mezcla cruda hasta al menos una etapa de filtrado usando una Membrana semipermeable (clarificación y/o extracción).

[0014] El extracto de planta en bruto se procesa a través de una columna de extracción de vapor, produciendo así un extracto eliminado de vapor. Luego se filtra el extracto vaporizado. Por ejemplo, la mezcla de extracto se bombea a la parte superior de una torre de columna empaquetada o de bandeja, donde la mezcla entra en contacto íntimo con el vapor que entra por la parte inferior de la torre. Como resultado del contacto entre la mezcla y el vapor, los componentes volátiles de la mezcla de extracto se transfieren a la fase de vapor, purificando así la mezcla de extracto.

Condiciones y parámetros para el uso combinado de extracción de vapor y filtración:

[0015] Relación de vapor a alimentación. Las proporciones de vapor (por ejemplo, como kg de vapor de agua, unidad de volumen de alimentación por unidad de tiempo) a la velocidad de alimentación pueden variar dependiendo de la eficiencia de la columna y la medida en que los componentes volátiles deben eliminarse.

[0016] Temperatura de la alimentación y el vapor en el punto de entrada en la columna. El precalentamiento de la alimentación y el sobrecalentamiento del vapor pueden evitar cierto grado de condensación y mejorar la eficiencia de la operación para eliminar los volátiles. Como tal, el balance de calor debe mantenerse de modo que quede suficiente líquido para mantener los componentes no volátiles deseables en la fase líquida y bajar la columna de extracción de vapor.

[0017] Columna y geometría del material de embalaje. Las proporciones de la columna (altura relativa a la circunferencia) y la forma del material de empaque deben ser tales que se minimice la cantidad de "canalización" de vapor ascendente o líquido hacia abajo, de manera que las dos fases no sean necesarias. De manera óptima, el líquido y el vapor estarán en contacto cercano en toda la columna, de modo que la columna funcione cerca del número previsto de placas teóricas. De manera similar, la columna se operará en posición vertical y las placas de empaque o redistribuidor seleccionadas ofrecerán una retención de líquido mínima o nula.

[0018] La relación entre la producción del producto y la velocidad de alimentación será óptimamente cerca de 1,0, pero la columna puede operarse opcionalmente para aumentar la velocidad de despegue del producto en la parte inferior en relación con la velocidad de alimentación. Un producto más diluido resultará, o tomará una tasa de fondos

más pequeña (mayor evaporación neta de la corriente de alimentación que resulta en fondos más concentrados) en relación con la velocidad de alimentación.

[0019] En cualquier caso, la suma de:

5

Suministro líquido + suministro de vapor = fondos + tapas de vapor

se mantendrá, de lo contrario, la columna acumulará un inventario de líquido y se inundará rápidamente.

10 **[0020]** El punto de entrada de alimentación de líquido y vapor, y el despegue del producto pueden variar según el diseño de la columna y la eficiencia de la operación. Aunque los ejemplos que siguen representan/discuten una alimentación apical y un despegue desde abajo, la alimentación se puede introducir axialmente a lo largo de la columna en uno o más puntos. Además, el producto y/o el vapor pueden introducirse en uno o varios puntos a lo largo de los lados de la columna. Las condiciones de operación de esta columna son inherentes al diseño y pueden
15 seleccionarse para producir una composición de producto específica con respecto a los componentes volátiles y concentración de no volátiles.

[0021] De manera ideal, la calidad del vapor debería ser compatible con los alimentos. Sin embargo, algunos generadores de vapor usan productos químicos u otros aditivos (para proteger la caldera) que pueden ser volátiles y que se pueden llevar al producto en la parte inferior (o al vapor en la parte superior, si esa es la corriente de producto deseada). Por lo tanto, es preferible evitar el uso de productos químicos de la caldera para generar vapor limpio para el proceso.

25 **[0022]** En una realización, el proceso de extracción con vapor se lleva a cabo de tal manera que el contacto entre el vapor (vapor) y el líquido sea íntimo y rápido. Por ejemplo, esto puede lograrse realizando el proceso en una configuración que permita el flujo de vapor en una dirección opuesta (contracorriente) al flujo de la alimentación de líquido. La extracción con vapor se puede realizar verticalmente con flujos a contracorriente de líquido (abajo) y vapor (arriba).

30 **[0023]** Como alternativa, la extracción con vapor de agua se puede realizar de manera híbrida como se muestra en la Fig. 1. En la Fig. 1, el líquido se pone en la fase de vapor por medios mecánicos (como un disco de rotación o pulverización) mientras que el líquido fluye por desbordamiento pasivo de los vertederos (por ejemplo, si el barco está ligeramente inclinado donde la alimentación es más alta que el punto de despegue) o se bombea de una cámara a la siguiente.

35 **[0024]** Según las condiciones de operación, esto se considera una extracción de vapor porque, de hecho, el líquido se está moviendo en contracorriente hacia el flujo del vapor.

40 **[0025]** Otra etapa crítica en el método es la etapa de filtración (clarificación y/o fraccionamiento), donde la filtración se usa para purificar un líquido, es decir, extraer la mezcla separando las partículas del líquido. Básicamente, el solvente pasa a través de una barrera semipermeable. El tamaño de los poros en la barrera determina la permeabilidad de la barrera, permitiendo que el disolvente y las partículas más pequeñas que el tamaño de los poros pasen a través de la barrera, mientras que se retienen o rechazan las partículas que son más grandes que los poros. Esto proporciona una manera de separar los componentes indeseables del solvente líquido, dando como resultado
45 un líquido purificado que está limpio y filtrado en un lado de la barrera, con las partículas de soluto eliminadas en el otro lado. En una realización preferida, la filtración con membrana se puede usar para eliminar partículas finas, partículas de color y macromoléculas como proteínas y polisacáridos. La filtración por membrana se puede usar para enriquecer algunos componentes mientras que se agotan o eliminan otros. Esto reconoce que la separación basada en el tamaño no necesita ser completa para ser efectiva y útil. En otra realización, otros medios estacionarios que pueden emplearse para la filtración, tales como separaciones basadas en solutos o tamaño de partícula usando perlas de resina, o partículas de tamiz molecular hechas de arcillas o cerámicas, y otros materiales similares.

[0026] La etapa de filtración puede emplearse antes, después, o antes y después de la etapa de extracción con vapor.

55

Parámetros de fraccionamiento de membrana:

[0027] Una forma de filtración es la filtración molecular, que se realiza con la filtración de membranas semipermeables (fraccionamiento de membrana). Básicamente, esto implica la partición de solutos a través de una
60 membrana semipermeable en función de su tamaño molecular. La ecuación empírica generalmente utilizada para predecir o modelar el comportamiento de los solutos es:

$$\% \text{ Rechazo} = (\log (C_r/C_o)) / (\log (V_o/V_r)) \times 100\%$$

65 Dónde:

Cr = concentración de soluto dado en el material retenido

Co = concentración de soluto dado en la solución original (alimentación)

Vo = volumen inicial de alimentación

Vr = volumen del material retenido

Retenido = la porción de la solución de alimentación que no pasa a través de la membrana

Permeado = la porción de la solución de alimentación que pasa a través de la membrana

[0028] Todas las fracciones de membrana asumen un cierto control de temperatura moderado, ya que la temperatura puede afectar la permeabilidad de la membrana y, por lo tanto, el % aparente de rechazo (%R) de un soluto. Debe entenderse que la temperatura del producto dependerá de los resultados deseados y se puede determinar empíricamente durante el procesamiento/operación. En una realización, la temperatura del producto está en el intervalo de aproximadamente 15 a aproximadamente 100°C.

[0029] El tamaño molecular del soluto tiene más que ver con la forma y el volumen, y la carga electrónica del soluto que su peso molecular (MW), pero el MW puede ser una forma útil de distinguir qué solutos son probables, o no, para pasar a través de una membrana.

[0030] El tamaño y la forma de las moléculas complejas en un extracto vegetal pueden verse afectados por otros solutos, incluidos algunos que pueden eliminarse durante la extracción de vapor.

[0031] En las Figs. 2-6 se representan varias realizaciones del proceso de la invención que utiliza extracción por vapor con filtración. Las alternativas de proceso mostradas en las Figs. 2-6 ilustran una variedad de combinaciones de extracción de vapor con procesamiento de filtración (clarificación y fraccionamiento). La Fig. 2 muestra un diagrama de flujo del proceso en el que un extracto se trata mediante extracción con vapor y fraccionamiento. En la Fig. 3, se muestra un diagrama de flujo del proceso donde se trata un extracto para clarificación de membrana, extracción con vapor y fraccionamiento. En la Fig. 4, se muestra un diagrama de flujo del proceso en el que un extracto se trata con extracción con vapor, clarificación de la membrana y fraccionamiento. La Fig. 5 representa un diagrama de flujo del proceso donde un extracto se trata a fraccionamiento y extracción con vapor, donde el extracto puede tratarse opcionalmente en la etapa de clarificación de la membrana antes del fraccionamiento. Y en la Fig. 6 se muestra un diagrama de flujo del proceso donde se trata un extracto a fermentación (modificación de la enzima) para formar un producto fermentador que se trata para la clarificación de la membrana, la separación con vapor y el fraccionamiento. Debe entenderse que la Fig. 6 ejemplifica una realización particular, sin embargo, la etapa de fermentación (modificación de la enzima) puede ocurrir después de (i) clarificación de la membrana, (ii) extracción con vapor o (iii) fraccionamiento. Es decir, la posición secuencial de la etapa de fermentación (modificación enzimática) además de las siguientes etapas de procesamiento puede variar. Todas las combinaciones están previstas como parte de la invención.

[0032] La aclaración aquí es una forma de filtración para eliminar partículas muy pequeñas hasta el tamaño de las células bacterianas o esporas, o posiblemente algunos virus. En contraste, el fraccionamiento es más a nivel de macromoléculas o más pequeño, hasta una molécula de agua. Una membrana semipermeable utilizada para efectuar la clarificación o el fraccionamiento puede caracterizarse en términos de su porosidad. El término corte de peso molecular nominal (nmwco) es utilizado por los expertos en la materia para describir la porosidad de la membrana en términos del límite superior aproximado del tamaño de la molécula que la membrana semipermeable permitirá que pase (o límite inferior de retención). Se entiende que este es un término descriptivo, ya que la porosidad efectiva puede variar con la temperatura de operación, la presión del sistema y la geometría de las partículas de soluto, entre otros factores. La selección específica de una membrana es altamente empírica y es típicamente el resultado de la experimentación. Se entiende que los materiales de clarificación y filtración pueden ser productos laminados, metales porosos o no metales tales como cerámica, vidrio, carbono y otros materiales.

[0033] Opcionalmente, el proceso puede incluir una etapa de secado. Se puede emplear cualquier medio adecuado para secar la composición edulcorante natural.

[0034] La calidad de sabor natural mejorada puede percibirse como un sabor dulce más agradable con menos notas "verdes" características de extractos de plantas crudas, sabores extraños reducidos de componentes extraíbles indeseables (posiblemente de componentes de la superficie), o notas amargas reducidas en el extraer.

[0035] Los edulcorantes naturales de baja intensidad a base de plantas incluyen, pero no se limitan a, edulcorantes derivados de frutas como la D-fructosa, también conocida como levulosa D-arabino-2-hexulosa, o "azúcar de frutas" que se encuentra en muchas frutas. Otros ejemplos son los jugos de fruta concentrados o secos, como los jugos de manzanas, uvas o similares.

[0036] Los edulcorantes naturales de alta intensidad a base de plantas incluyen, pero no se limitan a, materia vegetal de *Stevia rebaudiana* Bertoni, materia vegetal de la raíz de regaliz *Glycyrrhiza glabra* y/o materia vegetal del fruto de una vid herbácea perenne originaria del sur de China, *Siraitia grosvenorii*, conocida por los sinónimos botánicos *Momordica grosvenorii* y *Thladiantha grosvenorii*, fruta Monk (comúnmente conocida como Luo Han Guo).

[0037] Además, se puede incluir una variedad de ingredientes en la composición edulcorante de la presente invención.

[0038] Por ejemplo, se puede incluir un agente de carga u otro material de soporte. Entre los divulgados o utilizados se incluyen fructooligosacárido (FOS) y otras fibras, maltooligosacáridos y eritritol. El eritritol es especialmente popular ya que puede mitigar algo del sabor amargo. El material de soporte puede estar en forma de una mezcla simple o co-cristalizado con el edulcorante de alta intensidad.

[0039] Otros extractos de frutas pueden contribuir con atributos de sabor o color adicionales que pueden provocar la percepción de "natural" en el edulcorante. Los jarabes con sabor a fresa o arándano u otros sólidos de jarabe de bayas, así como varios jugos de frutas concentrados, comprenden una serie de compuestos dulces y no dulces que contribuyen a la percepción de "natural".

[0040] A menudo, los fabricantes o usuarios de estos edulcorantes agregan otros componentes para superar un sabor menos agradable, por ejemplo, un sabor amargo.

[0041] Otro ingrediente opcional en la composición de la presente invención es un ingrediente alimentario soluble. El ingrediente alimentario soluble puede ser, por ejemplo, un fructooligosacárido (FOS), una maltodextrina resistente a la digestión (por ejemplo, FiberSol), eritritol, inulina, un polímero de azúcar, o cualquier combinación de los mismos. Preferiblemente, el ingrediente alimentario soluble es una fibra.

[0042] También pueden estar presentes vitaminas y minerales.

[0043] Las composiciones pueden contener otros componentes, incluyendo sabor, aroma, otros componentes nutricionales, aglutinantes y mezclas de los mismos.

[0044] Los edulcorantes de mesa descritos pueden ser sólidos, líquidos o jarabes amorfos o cristalinos. Pueden producirse mediante cualquier número de procesos conocidos por los expertos en la técnica.

[0045] Preferiblemente, las composiciones edulcorantes de mesa tienen menos de 2,5 kcals por cucharadita (igual en dulzura a 1 cucharadita de sacarosa), pero pueden formularse para administrar una amplia variedad de contenidos calóricos menos que los 4 kcals por gramo de SES (el valor calórico de la sacarosa). Por ejemplo, las composiciones se pueden formular utilizando técnicas conocidas por las que trabajan en el área, como el secado por pulverización de baja densidad aparente, a cualquier densidad práctica.

[0046] La composición de edulcorante natural tiene menos de 2 kcal por gramo de SES. En una realización, la composición edulcorante tiene menos de 1 kcal por gramo de SES. En otra realización, la composición edulcorante tiene menos de 0,5 kcal por gramo de SES. En otra realización más, la composición edulcorante tiene menos de 0,25 kcal por gramo de SES.

[0047] Adicionalmente, la composición edulcorante natural tiene una densidad de aproximadamente 0,1 g/cm³ a aproximadamente 0,8 g/cm³.

[0048] La composición de edulcorante natural tiene una proporción de material portador a un compuesto edulcorante natural de alta intensidad a base de plantas de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 99:1. En una realización, la relación de material portador a compuesto edulcorante natural de alta intensidad a base de plantas de aproximadamente 10:1 a aproximadamente 90:1. En otra realización, la relación de material portador a compuesto edulcorante natural de alta intensidad a base de plantas de aproximadamente 25:1 a aproximadamente 50:1. En otra realización más, la relación de material portador a compuesto edulcorante natural de alta intensidad a base de plantas de aproximadamente 30:1 a aproximadamente 40:1.

[0049] Las composiciones edulcorantes de mesa se pueden suministrar en cualquier formato conocido por los expertos en la técnica. Por ejemplo, bolsitas, bolsas a granel, etc.

[0050] A menos que se defina lo contrario, todos los términos técnicos y científicos usados en el presente documento tienen el mismo significado que entiende comúnmente un experto en la técnica a la que pertenece la presente invención. Los materiales, métodos y ejemplos descritos aquí son solo ilustrativos y no pretenden ser limitativos.

[0051] El siguiente ejemplo se proporciona para ilustrar adicionalmente las composiciones y métodos de la presente invención. El ejemplo es solo ilustrativo y no pretende limitar el alcance de la invención de ninguna manera.

EJEMPLO 1

Tira de vapor combinada y extracción por filtración de membrana:

Extracción:

[0052] Se sumergieron hojas secas y picadas de *Stevia rebaudiana* (Bertonii) (0,8 kg) en agua de ciudad (5,85 kg) dentro de un hervidor Groen (Modelo: TDB/7-23) y la mezcla se llevó a ebullición. La mezcla se mantuvo a fuego lento durante varios minutos, luego se dejó enfriar durante unas horas, hasta que estuvo caliente al tacto. El licor acuoso se decantó de la masa de la hoja y las hojas se presionaron a mano para eliminar la mayor cantidad de extracto posible. La masa de la hoja se descartó y el extracto (3,8 kg, menos muestras) se llevó a la etapa de extracción con vapor. El extracto era de color muy oscuro y muy turbio, incluso después de la filtración a través de una pantalla de malla 200.

Extracción a vapor:

[0053] El extractor de vapor se hizo funcionar como una sola etapa, pero se podrían haber insertado etapas adicionales. Había tres secciones: (1) la tapa del cabezal, con una entrada de alimentación centrada sobre el barril y una salida de vapor superior que podría haberse conectado a un condensador; (2) el barril, que contiene el material de embalaje y los sujetadores; y (3) el despegue de los fondos, que también tenía una entrada de vapor colocada descentrada para evitar que el líquido que goteaba por la columna impidiera que el vapor entrara en el cilindro de la columna. El exterior de la columna estaba aislado para minimizar la pérdida de calor y la condensación en las paredes del barril.

[0054] El extracto se alimentó en la parte superior de la columna a aproximadamente 5 ml/min frente a un flujo de vapor establecido de aproximadamente 96 ml/min (medido como condensado). Los fondos del extractor de vapor se recolectaron semicontinualmente ajustando la abertura de la llave de paso del despegue de los fondos. Se recogieron aproximadamente 6,7 kg de fondos extraídos con vapor de agua durante aproximadamente 75 minutos (89 ml/min; aproximadamente 39 ml/min de condensado de vapor). Se tomaron muestras de los fondos de extracción de vapor combinados y el resto se usó para la etapa de clarificación de la membrana. Se observó que los fondos del extractor de vapor eran tan negros como la alimentación del extractor de vapor, pero completamente exentos de las notas de olor a hierbas, prominentes en el extracto crudo, y características de las hojas de *Stevia* hervidas.

Aclaración de membrana:

[0055] La clarificación se realizó utilizando una unidad de prueba de membrana KOCH (KPN 0210090) equipada con un cartucho de prueba de fibra hueca (PM2) de 2,54 cm (1") de aproximadamente 2000 nmwco. Los fondos del extractor de vapor se recircularon durante unos minutos sin contrapresión para establecer el flujo, luego se aplicó la contrapresión apretando gradualmente una pinza en el lado de descarga de la membrana hasta que se logró un flujo de permeado lento (aproximadamente 4 ml/min). Se continuó recogiendo este producto hasta los 25 kg de permeado. Muestras de permeado y retenido se recogieron como muestras retenidas. El permeado parecía completamente transparente y tenía un ligero color dorado. Tanto el permeado como el retenido mostraron un fuerte sabor dulce característico de los glucósidos de esteviol, pero el permeado tenía un regusto amargo menos pronunciado.

[0056] Ya que el proceso de fraccionamiento no es destructivo, la composición de la alimentación (Co) se puede calcular agregando los componentes del permeado y el retenido como se muestra:

$$Co = [(Cp \times Mp) + (Cr \times Mr)] / Mo \times 100\%$$

Donde: Cp = concentración de soluto dado en el permeado

Mp = masa del permeado

[0057] La tabla 1 a continuación muestra el porcentaje de rechazo calculado para algunos glucósidos de esteviol representativos. La identidad de los glucósidos de esteviol se estableció mediante una movilidad relativa de HPLC en relación con los estándares conocidos y se confirmó mediante espectrometría de masas.

TABLA 1

		<i>Reb F</i>	<i>Reb A (& Stevioside)</i>	<i>Reb D</i>	<i>Reb C</i>	<i>Duclósido A</i>	<i>Masa (kg)</i>
5	Peso de fórmula	936	966 (804)	1128	950	788	
	Calculado	Co	51%	29,4%	2,6%	6,9%	1,9%
10	%Área de pico	Cr	5,86%	30,27%	2,87%	7,51%	2,00%
	%Área de pico	Cp	301%	25,30%	1,50%	4,32%	1,67%
	Calculado	% Rechazo	41,71%	11,68%	42,65%	37,75%	11,76%

[0058] El % de rechazo observado puede verse influido por la concentración en la alimentación así como por el tamaño molecular. Se entiende que estos resultados significan que todos los componentes son permeables a la membrana, mientras que los cuerpos de color y algunos componentes amargos lo son mucho menos. Los resultados demuestran cómo el fraccionamiento de la membrana, en conjunción con la extracción con vapor, puede producir una corriente de glicósido de esteviol más limpia y más deseable sin la necesidad de un tratamiento con resina o la cristalización de solventes orgánicos como el metanol o el etanol.

EJEMPLO 2

Extracción:

[0059] Se sumergieron las hojas secas y picadas de *Stevia rebaudiana* (Bertonii) (1 kg) en agua urbana (8,5 kg) dentro de un hervidor Groen (Modelo: TDB/7-23) y la mezcla se llevó a ebullición. La mezcla se mantuvo a fuego lento durante varios minutos y se dejó enfriar durante algunas horas hasta que estuvo caliente al tacto. El licor acuoso se decantó de la masa de la hoja y las hojas se presionaron a mano para eliminar la mayor cantidad de extracto posible. La masa de la hoja se descartó y el extracto (5,4 kg, menos muestras) se llevó a la etapa de extracción con vapor. El extracto era de color muy oscuro y muy turbio, incluso después de la filtración a través de una pantalla de 200 mallas.

Extracción a vapor:

[0060] El extractor de vapor (SS) se hizo funcionar en un modo de 2 etapas. El extracto se alimentó (aproximadamente 12 ml/min) en la parte superior de la columna contra un flujo de vapor establecido de aproximadamente 150 ml/min (medido como condensado). Los fondos del extractor de vapor se recolectaron semicontinualmente ajustando la abertura de la llave de paso del despegue de los fondos. Se recogieron aproximadamente 7,85 kg de fondos extraídos por vapor durante aproximadamente 195 minutos (rango de 45 a 91 ml/min). Se tomaron muestras de los fondos de extracción de vapor combinados y el resto se usó para la etapa de clarificación de la membrana. Se observó que los fondos de la decapadora de vapor eran tan negros como la alimentación de la extracción de vapor, pero completamente exentos de las notas herbáceas de olor a hierbas, prominentes en el extracto crudo, y características de las hojas de *Stevia* hervidas.

Fraccionamiento de membrana de 2 etapas

[0061] Etapa 1: El fraccionamiento se realizó utilizando una unidad de prueba de membrana KOCH (KPN 0210090) equipada con un cartucho de prueba de fibra hueca (PM10) de 2,54 cm (1") de aproximadamente 10.000 nmwco. Los fondos del extractor de vapor (7,8 kg) fueron recirculados durante unos minutos sin contrapresión para establecer el flujo, luego se aplicó la contrapresión apretando gradualmente una pinza en el lado de descarga de la membrana hasta que se alcance un flujo de permeado de 80 ml/min. Esto continuó hasta que se recogieron 5,65 kg de permeado (2 horas). Las muestras de permeado y retenido (2 kg) se recolectaron como muestras retenidas. El permeado tenía un color muy oscuro, pero carecía de partículas. El permeado y el retenido mostraron un fuerte sabor dulce característico de los glicósidos de esteviol.

[0062] Etapa 2: El segundo fraccionamiento de membrana se realizó con un cartucho de prueba de fibra hueca (PM2) de 2,54 cm (1") (aproximadamente 2.000 nmwco). El permeado de la primera etapa (5,65 kg) se recirculó durante unos minutos sin contrapresión para establecer el flujo, luego aplicar la contrapresión apretando gradualmente una pinza de presión en el lado de descarga de la membrana hasta lograr un flujo de permeado de 5,5 ml/min, que aumentó gradualmente a 17 ml/min a medida que la alimentación se calentó de 19°C a 38°C. Se recogieron 2,05 kg de permeado (3,5 horas), se tomaron muestras del permeado y retenido (3,65 kg) para su análisis. El permeado apareció de color dorado claro. El permeado y el retenido mostraron un fuerte sabor dulce característico de los glicósidos de esteviol.

Estimación del % de rechazo

[0063] La tabla 2 a continuación muestra el porcentaje de rechazo calculado para algunos glucósidos de esteviol representativos. La identidad de los glucósidos de esteviol se estableció mediante una movilidad relativa de HPLC en relación con los estándares conocidos y se confirmó mediante espectrometría de masas.

TABLA 2

Membrana PM10 Producto N°1							
	Fondos de extracción de vapor	Reb F	Reb A & Stev	Reb D	Reb C	Dulc A	Masa (mg)
Área de pico	Suministro	4,3%	23,7%	4,8%	6,8%	2,2%	7,85
Área de pico	Retención	3,39%	22,66%	5,39%	7,64%	2,58%	205
Área de pico	Permeado	2,23%	28,09%	3,49%	4,51%	1,45%	5,65
Calculado	% Rechazo	-18,06%	-3,22%	9,41%	8,67%	11,87%	
Membrana PM2 Producto N°2							
	PM10 Permeado	Reb F	Reb A & Stev	Reb D	Reb C	Dulc A	Masa (kg)
Área de pico	Suministro	2,23%	28,09%	3,49%	4,51%	1,45%	5,65
Área de pico	Retención	3,98%	26,07%	3,64%	6,54%	2,96%	3,65
Área de pico	Permeado	3,65%	22,14%	4,52%	6,99%	2,37%	2,05

[0064] El porcentaje de rechazo observado puede verse influido por la concentración en el suministro así como por el tamaño molecular. Se entiende que estos resultados significan que todos los componentes son permeables a la membrana PM10, incluyendo gran parte del color. El fraccionamiento posterior del permeado de PM 10 utilizando la membrana de PM2 permitió la eliminación de los cuerpos de color como en el Ejemplo 1.

[0065] Los resultados demuestran cómo el fraccionamiento de la membrana, junto con la extracción con vapor, puede producir una corriente de glicósido de esteviol más limpia y más deseable sin la necesidad de un tratamiento de resina o la cristalización de disolventes orgánicos como el metanol o el etanol.

REIVINDICACIONES

1. Un método para hacer una composición edulcorante natural que comprende los pasos de:

5 extracción por vapor y al menos un paso de filtrar un extracto vegetal crudo de al menos un compuesto edulcorante natural de alta intensidad a base de plantas, en donde:

10 la etapa de extracción de vapor emplea una columna de extracción de vapor; y
al menos una etapa de filtrado se emplea antes, después o antes y después de la etapa de extracción de vapor, cualquier etapa de filtración empleada después de que la etapa de extracción con vapor se emplee con respecto a la mezcla de extractos desde la cual los componentes volátiles se han transferido a la fase de vapor por la etapa de extracción de vapor; y

15 El paso de filtrado se realiza utilizando una membrana semipermeable.

2. El método de la reivindicación 1, en el que la composición edulcorante se somete a un proceso de secado.

20 3. El método de la reivindicación 1, en el que el compuesto edulcorante natural de alta intensidad a base de plantas se selecciona del grupo que consiste en glicósidos de esteviol, glicirricina (y estructuras relacionadas), mogrósidos y mezclas de los mismos.

4. El método de la reivindicación 1, en el que la composición edulcorante se combina con un material portador.

25 5. El método de la reivindicación 1, en el que la composición edulcorante se co-cristaliza con un material portador.

6. El método de la reivindicación 1, que comprende además un compuesto edulcorante natural de baja intensidad a base de plantas.

30 7. El método de la reivindicación 6, en el que el extracto de planta en bruto incluye el compuesto edulcorante natural de baja intensidad a base de plantas.

8. El método de la reivindicación 6, en el que el compuesto edulcorante natural de baja intensidad a base de plantas es un edulcorante derivado de frutas.

35 9. El método de la reivindicación 1, en el que el método no incluye tratamientos con resinas de intercambio iónico, tratamientos con agentes de decoloración basados en carbono o basados en resina, o cristalización con disolventes basados en carbono.

40 10. El método de la reivindicación 1, en el que el edulcorante natural de alta intensidad se modifica por fermentación enzimática o microbiana.

45

50

55

60

65

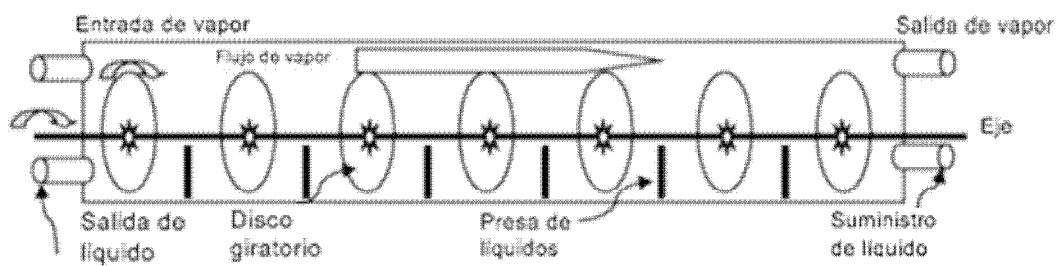


FIG. 1

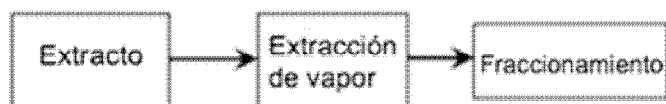


FIG. 2

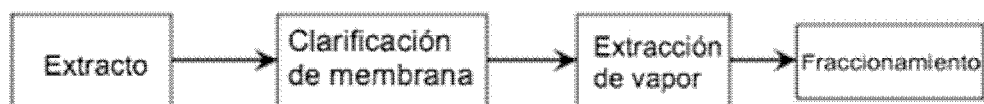


FIG. 3

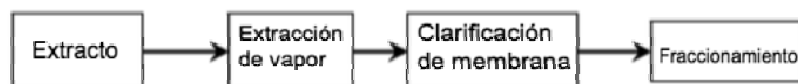


FIG. 4



FIG. 5

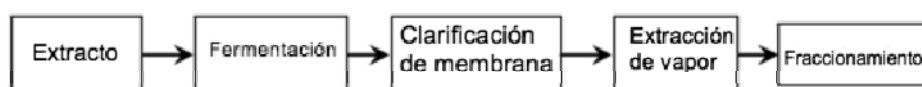


FIG. 6