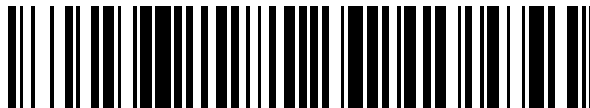


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 714 303**

51 Int. Cl.:

A23L 27/40 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.08.2012 PCT/US2012/052035**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.02.2013 WO13028845**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.08.2012 E 12825832 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.12.2018 EP 2747583**

54 Título: **Sustituto de sal libre de sodio mejorado**

30 Prioridad:

25.08.2011 US 201161575650 P

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

28.05.2019

73 Titular/es:

**WORKING BUGS, LLC (100.0%)
2000 Merritt Road
East Lansing, MI 48823, US**

72 Inventor/es:

**BERGLUND, KRIS, A. y
BERGLUND, ERIK, A.**

74 Agente/Representante:

MILTENYI , Peter

ES 2 714 303 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

Sustituto de sal libre de sodio mejorado

Esta divulgación se refiere a sustitutos de cloruro de sodio de calidad alimentaria.

5 Efectos sobre la salud tales como hipertensión se han vinculado directamente a un consumo en exceso de sal de la dieta (cloruro de sodio) en varios estudios. Se reconoce ampliamente que un elemento importante para combatir la hipertensión es la reducción simultánea de sodio mientras que se aumenta el consumo de potasio en la dieta. Recientemente, el gobierno de los EE.UU. ha publicado un nuevo conjunto de normas que reducen la cantidad diaria recomendada de sodio desde 2300 mg hasta 1300 mg. Además, el requisito de potasio se ha fijado a 4700 mg.

10 Mientras que algunos productos han usado la estrategia de mezclar cloruro de sodio con cloruro de potasio para reducir el consumo de sodio (véanse referencias en la patente estadounidense n.º 5.897.908), hay pocos productos en el mercado que estén libres de sodio. El cloruro de potasio por sí mismo tiene un gusto amargo, metálico y debe usarse algún tipo de agente enmascarador para cubrir este gusto. Previamente, se descubrió (K. A. Berglund y H. Alizadeh, patente estadounidense n.º 5.897.908, 27 de abril de 1999) que el monoclóhidrato de lisina, un aminoácido esencial para la nutrición humana, podía enmascarar eficazmente este gusto. Las composiciones dadas a conocer en la patente estadounidense n.º 5.897.908 son una mezcla física de cristales de cloruro de potasio (KCl) y monoclóhidrato de lisina (LMC) que proporcionan un gusto salado.

20 El documento US5897908 (A) da a conocer una mezcla física que consiste esencialmente en composiciones de monoclóhidrato de lisina y cloruro de potasio solas o mezcladas con cantidades pequeñas de ácido succínico, en razones en peso particulares, y que tiene un gusto salado comparable a la sal de mesa (cloruro de sodio). La mezcla enmascara el regusto amargo del cloruro de potasio y puede proporcionar lisina de la dieta que es un aminoácido esencial.

El documento US5527959 (A) da a conocer una sal cristalina de clorhidrato de lisina, sal de ácido succínico o de metal alcalino, en la que la razón molar de lisina con respecto a ion succínico calculado como ácido succínico está entre aproximadamente 3 y 10. La sal tiene el aspecto de cristales de sal de mesa corriente.

25 El documento US2009117254 (A1) da a conocer composiciones/sustitutos de sal baja en sodio, cloruros de potasio modificados (MPC) y métodos de fabricación de los mismos. Las composiciones/sustitutos de sal incluyen preferiblemente NaCl, KCl y modificador(es), preferiblemente una harina de cereal tal como harina de arroz. Se incluye preferiblemente un acidulante de calidad alimentaria. La composición/sustituto tendrá preferiblemente una razón de Na/K de desde aproximadamente 0,1 hasta aproximadamente 9,0, lo más preferiblemente de aproximadamente 1,0. MPC incluye preferiblemente KCl y modificador(es), preferiblemente una harina de cereal tal como harina de arroz. Se incluye preferiblemente un acidulante de calidad alimentaria. Las composiciones/sustitutos de sal y MPC se fabrican preferiblemente mediante secado en tambor, cocción por extrusión o procedimientos de aglomeración. Preferiblemente, el MPC se combina y/o se tritura conjuntamente con NaCl no modificado en cualquier razón deseada, preferiblemente 50/50, lo que da una razón de Na/K de aproximadamente 1 (es decir, el 20% de sodio y el 20% de potasio) para proporcionar de forma rentable un sustituto de sal sin modificar el NaCl.

La presente invención proporciona una composición que es un sustituto para cloruro de sodio de calidad alimentaria que proporciona un gusto salado, que comprende:

40 partículas cristalinas en las que las partículas individuales comprenden tanto cloruro de potasio (KCl) como monoclóhidrato de lisina (LMC), y en la que las partículas cristalinas comprenden LMC amorfo ocluido por, recubierto sobre o asociado íntimamente de otra manera con KCl cristalino;

pudiendo obtenerse dicha composición mediante un procedimiento que comprende:

(a) proporcionar una disolución en agua supersaturada de cloruro de potasio (KCl) y monoclóhidrato de lisina (LMC) a una temperatura de entre 10 y 70°C, en la que la razón en peso de KCl con respecto a LMC está entre 90:10 y 60:40;

45 (b) añadir etanol a la disolución en una cantidad suficiente para precipitar partículas cristalinas que contienen tanto LMC como KCl;

(c) separar las partículas cristalinas de la disolución; y

(d) secar las partículas cristalinas para proporcionar la composición en una forma particulada sólida fluida.

50 En otra realización, la presente invención proporciona un procedimiento para proporcionar una composición que es un sustituto para cloruro de sodio de calidad alimentaria, que comprende:

(a) proporcionar una disolución en agua supersaturada de cloruro de potasio (KCl) y monoclóhidrato de lisina (LMC) a una temperatura de entre 10 y 70°C, en la que la razón en peso de KCl con respecto a LMC está entre 90:10 y 60:40;

(b) añadir etanol a la disolución en una cantidad suficiente para precipitar partículas cristalinas que contienen tanto LMC como KCl;

(c) separar las partículas cristalinas de la disolución; y

(d) secar las partículas cristalinas para proporcionar la composición en una forma particulada sólida fluida.

5 Se exponen realizaciones preferidas en las reivindicaciones dependientes.

Se describen en el presente documento sustitutos mejorados para cloruro de sodio de calidad alimentaria que proporcionan un gusto salado. Tales composiciones comprenden partículas cristalinas que contienen tanto cloruro de potasio (KCl) como monoclóhidrato de lisina (LMC). Adicionalmente, las composiciones pueden tener una razón de KCl con respecto a LMC que está entre 65:35 y 75:25.

10 También se da a conocer un procedimiento para proporcionar una composición que es un sustituto para cloruro de sodio de calidad alimentaria según la reivindicación 3.

En determinadas realizaciones, la disolución en agua se prepara usando agua que se sometió a ultrafiltración. En determinadas realizaciones, la razón en peso de KCl con respecto a LMC está entre aproximadamente 65:35 y 75:25. En determinadas realizaciones, el etanol se separa del agua, se recicla y se reutiliza. El etanol usado en el procedimiento puede ser un azeótropo con agua obtenido mediante una destilación convencional, o un alcohol anhidro obtenido mediante un proceso tal como destilación de variación de presión, destilación azeotrópica con un agente de arrastre benigno tal como pentano, o con tamices moleculares.

La figura 1 es un gráfico de los patrones de difracción de rayos x de polvo de cristales producidos mediante cristalización con antidisolvente a partir de mezclas acuosas de KCl y LMC.

20 La patente estadounidense n.º 5.897.908 da a conocer una mezcla física de los dos tipos de cristal, que presentaba problemas en la comercialización que no se previeron. En particular, los dos cristales tendían a segregarse durante el transporte y/o uso. Además, los dos cristales generalmente no se producen comercialmente de una manera que se disuelvan a la misma velocidad. Esta diferencia en la disolución provocaba dificultades en el procesamiento y, cuando se usan en lugar de sal de mesa, una diferencia en el gusto.

25 El procedimiento novedoso de preparación de un sustituto de KCl/LMC para cloruro de sodio implica coprecipitación de las dos especies en un nuevo tipo de forma particulada, cristalina. El procedimiento altamente innovador dado a conocer en el presente documento usa disolventes de base biológica para lograr el resultado deseado. El nuevo producto genera un único material particulado cristalino en el que las especies químicas no pueden segregarse. Ensayos de gusto independientes demuestran que los productos particulados cristalinos dados a conocer en el presente documento tienen un gusto que está favorecido en comparación con la mezcla física descrita en la patente estadounidense n.º 5.897.908. El nuevo producto se usó en la panificación de galletas saladas y se encontró que tenía un rendimiento superior en la eliminación de sal de mesa corriente (es decir, cloruro de sodio) completamente.

Ejemplos

35 Se determinaron las condiciones de cristalización para la producción del cloruro de potasio y monoclóhidrato cristalizados conjuntamente. Estudios previos por Pinho y Macedo (2005) y Zhao *et al.* (2009) determinaron la solubilidad de KCl y LCM en mezclas de etanol/agua, respectivamente. Se encontró, en cada caso, que las solubilidades de cada compuesto puro llegaban hasta aproximadamente cero en etanol puro. Otros autores han encontrado un efecto sinérgico de la solubilidad entre KCl y aminoácidos, pero el efecto es relativamente pequeño y no se consideró importante en el trabajo actual (Ferreira *et al.*, 2007). Uusi-Penttila (1997) mostró que LMC podría cristalizarse a partir de una disolución acuosa mediante adición de etanol.

40 Con el fin de cristalizar una sustancia, se requiere crear una supersaturación. Esto puede lograrse de varias maneras, pero en el trabajo actual se aplicó el uso de un enfoque de cristalización con antidisolvente. El procedimiento para la cristalización fue preparar una disolución de agua con KCl y monoclóhidrato de lisina (LMC) a una concentración a o cerca de la saturación. Se realizaron todos los estudios a temperatura ambiente, 45 aproximadamente 20°C. Se varió la razón de KCl con respecto a monoclóhidrato de lisina desde 90:10 hasta 60:40. Se añadió lentamente etanol con agitación hasta una razón en volumen de aproximadamente cuatro veces el volumen de etanol con respecto al volumen inicial de agua usado en la disolución. Se cocrystalizaron los productos (KCl y LMC) a partir de la disolución con alto rendimiento y se filtraron y secaron. Se evitó la segregación debido a que el KCl y el LCM se combinan íntimamente en un único tipo de cristal. Además, el LMC de partida tenía un color marrón claro y el KCl era completamente blanco. La mayoría del color permaneció en la disolución de etanol, pero 50 los cristales resultantes tenían un color uniforme que indica un único tipo de cristal. Se evaluaron las propiedades de gusto. Se muestran los perfiles de gusto resultantes en la tabla 1.

Razón de KCL:LMC, base en masa	Gusto resultante
80:20	Salado, pero algo de amargor
70:30	Salado

60:40	Menos salado
-------	--------------

Tabla 1. Efecto de la composición sobre el gusto salado de cristales de cocrystalización.

El patrón de difracción de rayos x de polvo es una herramienta analítica bien establecida para determinar la presencia de diferentes fases cristalinas. Se desarrolló una serie de patrones de difracción de rayos x de polvo para diferentes razones en masa de KCl con respecto a LMC. Se muestran los resultados en la figura 1. Los patrones de difracción de rayos x muestran que la naturaleza cristalina del LMC se pierde a medida que aumenta el contenido en KCl, tal como se evidencia por la pérdida de reflexiones. Mientras que los datos sugieren que hay algún tipo de LMC amorfo en presencia del KCL, que podría ser un recubrimiento, es evidente que los productos de los procedimientos novedosos dados a conocer en el presente documento no son los mismos que las mezclas físicas de los dos cristales, dado que las reflexiones para los cristales individuales de las dos especies químicas no se han conservado. Por tanto, las composiciones dadas a conocer en el presente documento no están necesariamente compuestas totalmente por cristales y pueden designarse más apropiadamente como partículas cristalinas, que abarcan productos puramente cristalinos, así como precipitados que comprenden una combinación de materiales cristalinos y amorfos en los que los materiales amorfos pueden estar ocluidos, recubiertos sobre o asociados íntimamente de otra manera con los cristales. En particular, las partículas cristalinas que precipitan conjuntamente tal como se da a conocer en el presente documento producen un patrón de difracción de rayos x que no tiene picos a los valores de 2 theta de aproximadamente 8, 15 y 53, que son característicos de cristales compuestos por LMC solo.

Se ha desarrollado un procedimiento de cristalización novedoso para producir un nuevo tipo de material particulado cristalino que tiene un gusto mejorado y propiedades físicas para el reemplazo de cloruro de sodio de la dieta. La concentración de disolución de partida de cloruro de potasio (KCL) y monoclóhidrato de lisina (LMC) puede ser de aproximadamente el 30 por ciento en peso en agua. Los ejemplos de razones adecuadas de KCL:LMC pueden oscilar entre 9:1 y 6:4 en peso, tal como entre aproximadamente 65:35 y 75:25 en peso. Puede lograrse la cristalización mediante adición de etanol para lograr un intervalo final de razón de etanol con respecto a agua de desde 3:1 hasta 6: 1, tal como de 4:1 a 5:1. El patrón de difracción de rayos x de polvo de las partículas cristalinas resultantes indica la presencia de una fase de lisina nueva.

REIVINDICACIONES

1. Composición que es un sustituto para cloruro de sodio de calidad alimentaria que proporciona un gusto salado, que comprende:
- 5 partículas cristalinas en las que las partículas individuales comprenden tanto cloruro de potasio (KCl) como monoclóhidrato de lisina (LMC), y en la que las partículas cristalinas comprenden LMC amorfo ocluido por, recubierto sobre o asociado íntimamente de otra manera con KCl cristalino;
- 10 pudiendo obtenerse dicha composición mediante un procedimiento que comprende:
- (a) proporcionar una disolución en agua supersaturada de cloruro de potasio (KCl) y monoclóhidrato de lisina (LMC) a una temperatura de entre 10 y 70°C, en la que la razón en peso de KCl con respecto a LMC está entre 90:10 y 60:40;
- (b) añadir etanol a la disolución en una cantidad suficiente para precipitar partículas cristalinas que contienen tanto LMC como KCl;
- (c) separar las partículas cristalinas de la disolución; y
- (d) secar las partículas cristalinas para proporcionar la composición en una forma particulada sólida fluida.
- 15 2. Composición según la reivindicación 1, en la que la razón de KCl con respecto a LMC está entre 65:35 y 75:25 en peso.
3. Procedimiento para proporcionar una composición que es un sustituto para cloruro de sodio de calidad alimentaria, que comprende:
- 20 (a) proporcionar una disolución en agua supersaturada de cloruro de potasio (KCl) y monoclóhidrato de lisina (LMC) a una temperatura de entre 10 y 70°C, en la que la razón en peso de KCl con respecto a LMC está entre 90:10 y 60:40;
- (b) añadir etanol a la disolución en una cantidad suficiente para precipitar partículas cristalinas que contienen tanto LMC como KCl;
- (c) separar las partículas cristalinas de la disolución; y
- 25 (d) secar las partículas cristalinas para proporcionar la composición en una forma particulada sólida fluida.
4. Método según la reivindicación 3, en el que el agua se somete a ultrafiltración.
5. Método según la reivindicación 3, en el que la razón en peso de KCl con respecto a LMC está entre 65:35 y 75:25.
6. Método según la reivindicación 3, en el que el etanol se separa del agua, se recicla y se reutiliza.
- 30 7. Método según la reivindicación 3, en el que el etanol se proporciona como un azeótropo con agua.
8. Sustituto dietético de calidad alimentaria para cloruro de sodio que comprende una composición según la reivindicación 1, en el que un patrón de difracción de rayos X para el producto no tiene picos a los valores de 2 theta de 8, 18 y 53, que son característicos de cristales de monoclóhidrato de lisina solos.

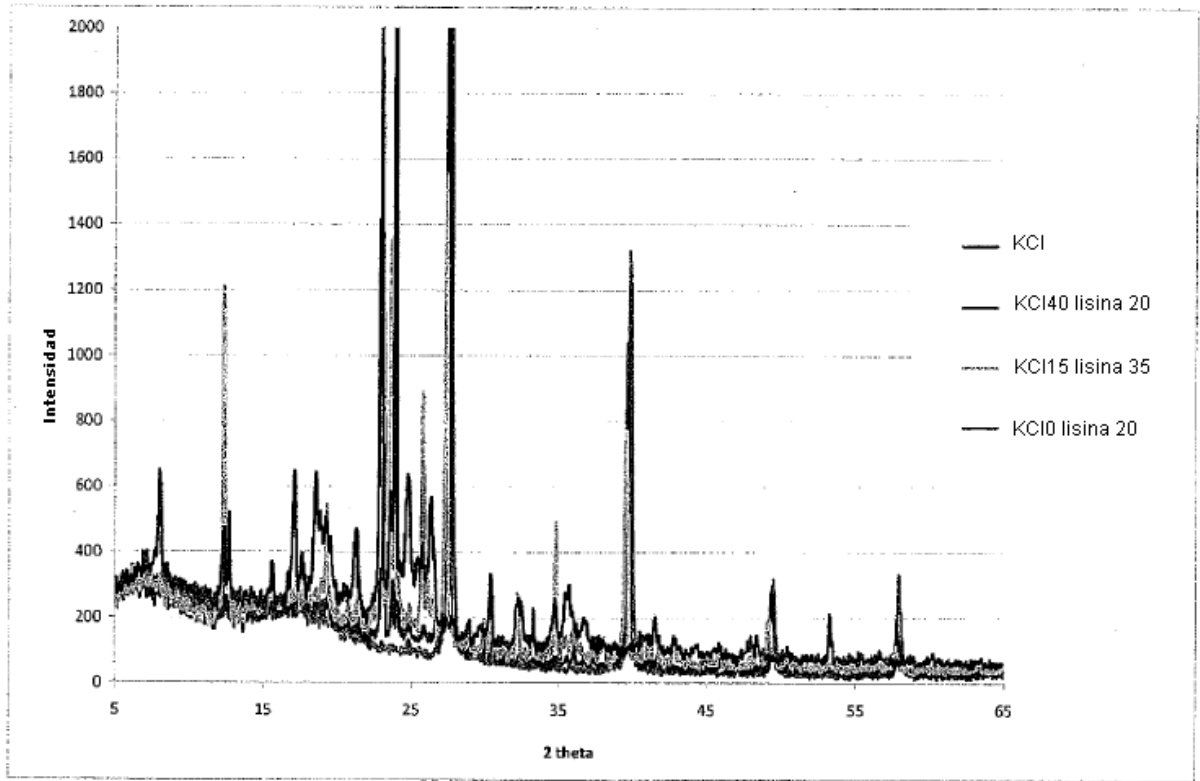


Figura 1