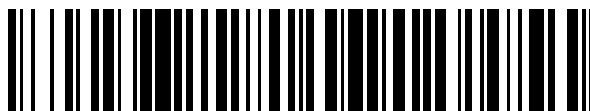


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 717 431**

51 Int. Cl.:

A23L 27/30 (2006.01)

A23L 2/60 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.02.2012 PCT/US2012/024722**

87 Fecha y número de publicación internacional: **16.08.2012 WO12109585**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.02.2012 E 12744188 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.12.2018 EP 2672840**

54 Título: **Composición a base de estevia**

30 Prioridad:

13.05.2011 US 201113129158
11.05.2011 WO PCT/US2011/036063
10.02.2011 US 201161441443 P
20.06.2011 US 201161499171 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
21.06.2019

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

PURKAYASTHA, SIDDHARTHA;
CANAR, MICHELE, M. y
MARKOSYAN, AVETIK

74 Agente/Representante:

URÍZAR BARANDIARAN, Miguel Ángel

ES 2 717 431 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

Composición a base de estevia

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Campo de la invención

- 5 [0001] La invención se relaciona con un compuesto para producir un ingrediente alimenticio de alta pureza a partir del extracto de la planta *Stevia Rebaudiana* Bertoni y su uso en diversas bebidas y productos alimenticios.

Descripción de la técnica relacionada

- 10 [0002] Actualmente, se está prestando cada vez más atención a las alternativas al azúcar debido al conocimiento de muchas enfermedades asociadas al consumo de bebidas y alimentos con alto contenido en azúcar. Sin embargo, muchos edulcorantes artificiales como la dulcina, el ciclamato sódico y la sacarina se prohibieron o restringieron en algunos países debido a la preocupación sobre su seguridad. Por ello, los edulcorantes no calóricos de origen natural se están haciendo cada vez más populares. La hierba dulce *Stevia Rebaudiana* Bertoni produce varios glicósidos diterpénicos que presentan dulzor de alta intensidad y propiedades sensoriales superiores a las de muchos otros edulcorantes de alta potencia.

- 15 [0003] Los glicósidos dulces antemencionados tienen un aglicón común, esteviol, y difieren por el número y tipo de residuos de carbohidratos en las posiciones C13 y C19. Las hojas de estevia son capaces de acumular hasta un 10-20 % (peso en seco) de glicósidos de esteviol. Los glicósidos principales que se encuentran en las hojas de estevia son el rebaudiósido A (2-10 %), el esteviósido (2-10 %) y el rebaudiósido C (1-2 %). Otros glicósidos como el rebaudiósido B, D, E y F, el esteviolbiósido y el rubusósido se encuentran a unos niveles mucho menores (aprox.
20 0-0,2 %).

[0004] Los dos principales glicósidos (esteviósido y rebaudiósido A (Reb A)) se estudiaron ampliamente y se caracterizaron en términos de su adecuabilidad como edulcorantes comerciales de alta intensidad. Los estudios de estabilidad en bebidas carbonatadas confirmaron su estabilidad de pH y térmica (Chang S.S., Cook, J. M. (1983) Stability studies of stevioside and Rebaudioside A in carbonated beverages. J. Agric. Food Chem. 31: 409-412.)

- 25 [0005] Los glicósidos de esteviol difieren unos de otros no solo por la estructura molecular, sino también por sus propiedades gustativas. Normalmente, se considera que el esteviósido es 110-270 veces más dulce que la sacarosa, el rebaudiósido A entre 150 y 320 veces, y el rebaudiósido C entre 40-60 veces más dulce que la sacarosa. El dulcósido A es 30 veces más dulce que la sacarosa. El rebaudiósido A tiene el regusto menos astringente, menos amargo y menos persistente, de modo que posee los atributos sensoriales más favorables de
30 los principales glicósidos de esteviol (Tanaka O. (1987) Improvement of taste of natural sweeteners. Pure Appl. Chem. 69:675-683; Phillips K.C. (1989) Stevia: steps in developing a new sweetener. En: Grenby T.H. ed. Developments in sweeteners, vol. 3. Elsevier Applied Science, London. 1-43). La estructura química del rebaudiósido A se muestra en la Fig. 1.

- 35 [0006] Se describen métodos para la extracción y purificación de glicósidos dulces de la planta *Stevia Rebaudiana* usando agua o disolventes orgánicos, por ejemplo, en las patentes estadounidenses núm. 4 361 697; 4 082 858; 4 892 938; 5 972 120; 5 962 678; 7 838 044 y 7 862 845.

[0007] Sin embargo, incluso en un estado de alta pureza, los glicósidos de esteviol siguen poseyendo atributos gustativos no deseables como amargor, regusto dulce, sabor a regaliz, etc. Uno de los principales obstáculos para la comercialización con éxito de edulcorantes de estevia son estos atributos gustativos no deseables. Se demostró que estas notas de sabor se hacen más prominentes cuando la concentración de glicósidos de esteviol aumenta
5 (Prakash 1., DuBois G.E., Cios J.F., Wilkens K. L., Fosdick L.E. (2008) Development of Rebiana, a natural, non-caloric sweetener. Food Chem. Toxicol., 46, S75-S82.).

[0008] El rebaudiósido *B* (núm. CAS: 58543-17-2) o reb *B*, también conocido como esteviósido A₄ (Kennelly E.J. (2002) Constituents of Stevia Rebaudiana In Stevia: The genus Stevia, Kinghorn A.O. (Ed), Taylor & Francis, London, p.71), es uno de los glicósidos dulces que se encuentra en *Stevia Rebaudiana*. Las evaluaciones
10 sensoriales muestran que Reb *B* era aproximadamente 300-350 veces más dulce que la sacarosa, mientras que para Reb *A* este valor era aproximadamente 350-450 (Crammer, B. and Ikan, R. (1986) Sweet glycosides from Stevia plant. Chemistry in Britain 22, 915-916 y 918). La estructura química del rebaudiósido *B* se muestra en la Fig. 2.

[0009] Se cree que el Reb *B* se forma a partir de la hidrólisis parcial del rebaudiósido *A* durante el proceso de extracción (Kobayashi, M., Horikawa, S., Degrandi, I.H., Ueno, J. and Mitsunashi, H. (1977) Dulcosides A and B, new diterpene glycosides from Stevia Rebaudiana. Phytochemistry 16, 1405-1408). Sin embargo, otra investigación muestra que el Reb *B* se encuentra de forma natural en las hojas de *Stevia Rebaudiana* y actualmente es uno de los nueve glicósidos de esteviol reconocido por FAO/JECFA (Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura/ Comité Mixto de Expertos en Aditivos Alimentarios) en el cálculo de contenido de
20 glicósidos de esteviol total en preparados de glicósidos de esteviol comerciales (FAO JECFA (2010) Steviol Glycosides, Compendium of Food Addictive Specifications, FAO JECFA Monographs 10, 17-21).

[0010] También cabe señalar que no se ha llevado a cabo ningún trabajo importante para determinar el potencial del Reb *B* como edulcorante o ingrediente alimenticio. Además, el Reb *B* a menudo se ve como un producto procesado e impureza innecesaria en los preparados de glicósidos de esteviol comerciales. No se ha llevado a
25 cabo ninguna evaluación importante de la influencia del Reb *B* en el perfil gustativo general de los preparados de glicósidos de esteviol.

[0011] Por otra parte, se informa de que la solubilidad en agua del Reb *B* es aproximadamente 0,1 % (Kinghorn A.D. (2002) Constituents of Stevia Rebaudiana In Stevia: The genus Stevia, Kinghorn A.D. (Ed), Taylor & Francis, London, p.8). En muchos procesados alimenticios donde se usan ingredientes altamente concentrados será
30 necesaria una forma altamente soluble del Reb *B*.

[0012] En WO 2011/094423 A1, US 2009/05337 A1, US 2008/292775 A1 y WO 2012/102769 A1 se tratan edulcorantes anteriores que forman parte de preparados de glicósidos de esteviol.

[0013] Considerando los hechos mencionados anteriormente, es necesario evaluar el Reb *B* como edulcorante e ingrediente alimenticio y desarrollar un proceso simple y eficiente para preparados de Reb *B* de uso alimentario adecuados para aplicaciones alimentarias.
35

[0014] En esta invención se desarrolla un proceso para elaborar una mezcla de Reb *B* y Reb *A* o una combinación de glicósidos diferentes. El proceso implicaba el control preciso del pH, la temperatura y el tiempo para lograr

mezclas de diferentes proporciones de Reb A y Reb B y elaborar la mezcla más soluble que una mezcla mecánica de Reb A y Reb B.

[0015] Dentro de la descripción de esta invención demostraremos que, cuando se aplica de manera específica, cierta mezcla de Reb B con otros glicósidos de esteviol, especialmente Reb A, puede afectar al perfil gustativo y ofrecer importantes ventajas para el uso de edulcorantes de estevia en diversas aplicaciones.

RESUMEN DE LA INVENCION

[0016] La presente invención tiene como objetivo superar las desventajas de los edulcorantes de estevia existentes. Por consiguiente, la presente invención se dirige a un compuesto edulcorante como se describe en la Reivindicación 1. Las mezclas de glicósidos de esteviol y Reb B se pueden usar para producir un ingrediente alimenticio de alta pureza a partir del extracto de la planta de *Stevia Rebaudiana* Bertoni y utilizar en diversas bebidas y productos alimenticios como edulcorante e intensificador del sabor.

[0017] Se usó como material de inicio el rebaudiósido A comercializado por PureCircle Sdn. Bhd. (Malasia), que contiene rebaudiósido A (aproximadamente 95-100 %), esteviósido (aproximadamente 0-1 %), rebaudiósido C (aproximadamente, 0-1 %), rebaudiósido F (aproximadamente 0-1 %), rebaudiósido B (aproximadamente, 0,1-0,8 %), rebaudiósido D (aproximadamente, 0-1 %) y otros glicósidos que ascienden al contenido de glicósidos de esteviol total de al menos el 95 %. Alternativamente, se pueden usar extractos de estevia con diferente proporción de glicósidos de esteviol como materiales de inicio.

[0018] El material de inicio se sometió a una conversión parcial en Reb B en condiciones de temperatura y pH controladas en medios acuosos libres de cosolventes. Las mezclas de glicósidos obtenidas se usaron "tal cual" y se recuperó Reb B y se usó como ingrediente puro.

[0019] Los compuestos se pueden usar como potenciador del dulzor, potenciador del sabor y edulcorante en diversos productos alimenticios y bebidas. Entre los ejemplos no limitativos de bebidas se incluyen las bebidas carbonatadas y sin gas, el agua saborizada, las bebidas a base de zumo, las bebidas energéticas y las bebidas no alcohólicas en polvo. Entre los ejemplos no limitativos de alimentos se incluyen productos lácteos (yogur, bebidas de yogur, leche de sabores, postres lácteos congelados incluidos los helados), productos horneados y mezclas para repostería (pan, galletas, magdalenas, panecillos y mezclas para repostería), salsas, mermeladas y jaleas, gelatinas, pudín y rellenos, salsa de soja y otros productos a base de soja, cereales de desayuno, condimentos y salsas de encurtidos, golosinas y glaseados, frutas y hortalizas procesadas, sustitutos del azúcar y productos de confitería, incluidos chicles.

BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

[0020] Los dibujos que acompañan se incluyen para proporcionar una mayor comprensión de la invención. Los dibujos ilustran realizaciones de la invención y, junto con la descripción, sirven para explicar los principios de las realizaciones de la invención.

La FIG. 1 muestra la estructura química del rebaudiósido A.

La FIG. 2 muestra la estructura química del rebaudiósido B.

La FIG. 3 muestra el perfil de dulzor del Reb A y el Reb B.

La FIG. 4 muestra el perfil de dulzor de proporciones diferentes de Reb A a Reb B (RebA/RebB).

La FIG. 5 muestra la potencia de dulzor de Reb A, Reb B y una mezcla de RebA/RebB 84/16.

La Fig. 6 muestra la sinergia entre un intensificador del sabor natural (NSF02, disponible de PureCircle) con Reb A o PureCircle Alpha, una combinación de Reb A y Reb B con una cantidad mínima de glicósidos de esteviol.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

[0021] Las ventajas de la presente invención se pondrán más de manifiesto a partir de la descripción detallada proporcionada a continuación.

[0022] Los compuestos se pueden usar como potenciador del dulzor, potenciador del sabor y edulcorante en diversas bebidas y productos alimenticios. Entre los ejemplos no limitativos de productos alimenticios y bebidas se incluyen bebidas carbonatadas no alcohólicas, bebidas listas para el consumo, bebidas energéticas, bebidas isotónicas, bebidas bajas en calorías, bebidas con cero calorías, bebidas deportivas, té, zumos de frutas y hortalizas, bebidas de zumo, bebidas de lácteos, bebidas de yogur, bebidas alcohólicas, bebidas en polvo, productos de repostería, galletas, mezclas para repostería, cereales, golosinas, caramelos, tofes, chicles, productos lácteos, leches de sabores, yogures, yogures de sabores, leche cultivada, salsa de soja y otros productos a base de soja, aliños para ensaladas, mayonesa, vinagres, postres congelados, productos cárnicos, productos de carne de pescado, alimentos envasados y enlatados, edulcorantes de mesa, frutas y hortalizas.

[0023] Además, los compuestos se pueden usar en preparados medicinales o farmacéuticos y cosméticos, incluidos, a título no limitativo, pastas de dientes, enjuagues bucales, jarabe para la tos, comprimidos masticables, pastillas, preparados vitamínicos y similares.

[0024] Los compuestos se pueden usar "tal cual" o en combinación con otros edulcorantes, saborizantes e ingredientes alimenticios.

[0025] Entre los ejemplos de edulcorantes se incluyen los glicósidos de esteviol, el esteviósido, el rebaudiósido A, el rebaudiósido B, el rebaudiósido C, el rebaudiósido D, el rebaudiósido E, el rebaudiósido F, el dulcósido A, el esteviolbiónido, el rubusósido, así como otros glicósidos de esteviol que se encuentran en la planta *Stevia Rebaudiana* Bertoni y mezclas de esta, extracto de estevia, extracto de Luo Han Guo, mogrósidos, jarabe de maíz con alto contenido en fructosa, jarabe de maíz, azúcar invertido, fructooligosacáridos, inulina, inulooligosacáridos, glucosil sacarosa, maltooligosacáridos, maltodextrinas, sólidos de jarabe de maíz, glucosa, maltosa, sacarosa, lactosa, aspartamo, sacarina, sucralosa, alcoholes de azúcar.

[0026] Entre los ejemplos de saborizantes se incluyen el limón, la naranja, la fruta, el plátano, la uva, la pera, la piña, la almendra amarga, la cola, la canela, el azúcar, el algodón de azúcar, saborizantes de vainilla.

[0027] Entre los ejemplos de otros ingredientes alimenticios se incluyen saborizantes, acidulantes, ácidos orgánicos y aminoácidos, colorantes, agentes de carga, almidones modificados, gomas, agentes de texturación, conservantes, antioxidantes, emulsionantes, estabilizantes, espesantes, agentes gelificantes. Los siguientes

ejemplos ilustran diversas realizaciones de la invención. Se entenderá que la invención no está limitada a los materiales, proporciones, condiciones y procedimientos descritos en los ejemplos, los cuales son solo ilustrativos.

EJEMPLO 1

5 [0028] Efecto del compuesto de estevia sobre solubilidad en agua. La solubilidad del edulcorante es importante para lograr el perfil sensorial deseado y facilidad operativa en aplicaciones alimenticias y de bebidas. Los ensayos de solubilidad se llevaron a cabo usando Reb A, Reb B, mezcla deshidratada de polvos de Reb A y Reb B de diferentes proporciones, mezcla de Reb A y Reb B elaborada durante el proceso y deshidratada. El Reb A y el Reb mostraron una solubilidad alrededor del 1 % y 0,1 % a temperatura ambiente y un aumento de la solubilidad en calentamiento a una temperatura superior. La Tabla 1 muestra la solubilidad de diferentes ingredientes y sus
10 mezclas.

Tabla 1

Solubilidad en agua para concentración de mezclas diferentes	Reb A (tal cual)	Reb B (tal cual)	Mezcla deshidratada de Reb B como % de glicósidos totales (tal cual)			Mezcla elaborada durante el proceso, proporción de Reb B respecto a los glicósidos totales (tal cual)		
	100 %	100 %	10 %	16 %	26 %	10 %	16 %	26 %
0,5 %	Sí	No*	No*	No*	No*	Sí	Sí	Sí
1 %	Sí	No*	No*	No*	No*	Sí	Sí	Sí
2 %	No	No*	No*	No*	No*	Sí**	Sí**	Sí**
5 %	No	No*	No*	No*	No*	Sí**	Sí**	Sí**

Ejemplo 2

Bebida no alcohólica carbonatada de limón-lima

20 [0029] La muestra de bebida no alcohólica carbonatada de control se elaboró con jarabe de maíz con alto contenido en fructosa (HFCS) 42 y se elaboraron otras muestras de ensayo con una combinación de HFCS y Alpha o Reb A para lograr un 30 % menos de calorías. Las muestras fueron evaluadas por un comité interno cualificado y se sometieron a examen el dulzor general, el inicio dulce, la sensación en boca, la intensidad del sabor, el amargor, la persistencia dulce y la persistencia amarga. El producto con Alpha produce una sensación más suave en boca
25 y se identifica como más próximo al control que la fórmula de Reb A. Tiene un pico de dulzor fuerte menor que Reb A y notas de terpeno reducidas comparado con Reb A. El sabor general está menos modificado comparado con Reb A.

Tabla 2

Ingrediente	Control	Alpha	Reb A
Agua	a QS	a QS	a QS
HFCS 42	14,8333	10,3833	10,3833
Reb A 97			0,0049
Alpha		0,005767	0,0050
Goma xantana		0,0050	
Benzoato de sodio	0,0263	0,0263	0,0263
Citrato de potasio	0,0263	0,0263	0,0263
Ácido cítrico	0,1500	0,1433	0,1433
Ácido málico		0,0050	0,0050
Saborizante	0-1110	0,1110	0,1110

5

10 EJEMPLO 3

Sinergia con saborizante natural

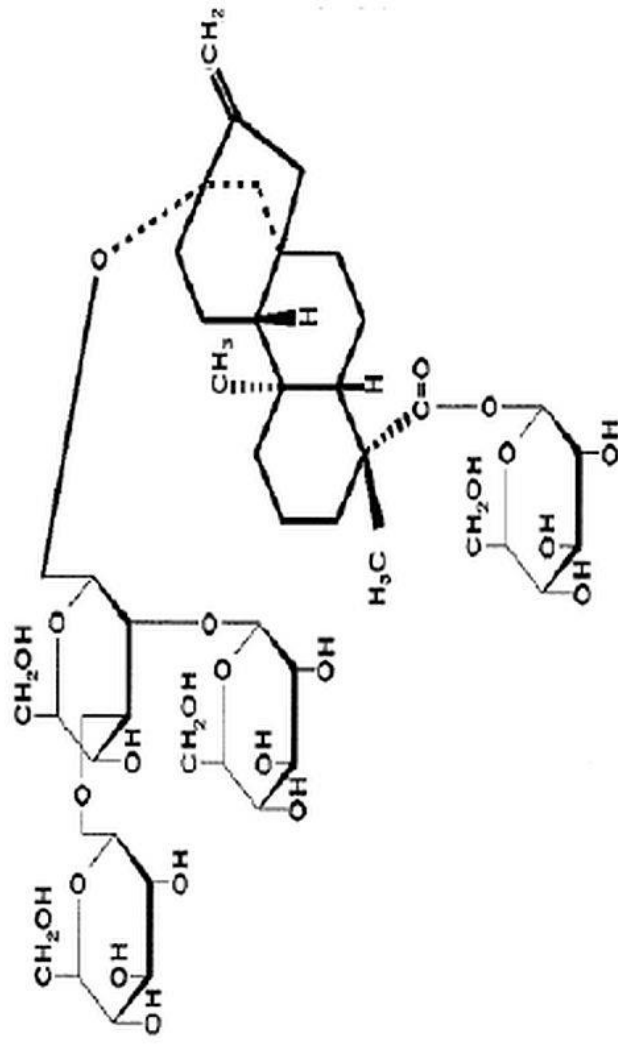
[0030] NSF02 es un saborizante natural derivado de la estevia que puede modificar el sabor y potenciar el dulzor en una matriz alimentaria diferente. Cuando se mezcló NSF02 con la cantidad requerida de Alpha o Reb A en una solución ácida (pH = 3,8) para lograr un 8 % de dulzor equivalente al azúcar, se descubrió que Alpha muestra un dulzor potenciado en presencia de una cantidad muy pequeña de NSF02 (25 ppm o menos), mientras que hubo que añadir más de 100 ppm de NSF02 para lograr alguna sinergia con Reb A como se muestra en la Figura 6.

15

REIVINDICACIONES

- 1.- Un compuesto edulcorante que consiste en una mezcla de rebaudiósido A y rebaudiósido B procesado, en el que el nivel de rebaudiósido B procesado en la mezcla de glicósido de esteviol oscila del 10 % al 26 % por peso de la mezcla de glicósidos de esteviol, en el que la mezcla de glicósido de esteviol se elabora mediante un proceso que comprende los pasos de:
- 5
- a) combinar un compuesto de rebaudiósido B con agua a una proporción de, aproximadamente, 1:1 para formar una mezcla;
 - b) aumentar la temperatura de la mezcla mediante un método de calentamiento en gradiente que comprende el calentamiento de la mezcla a una velocidad de 1 °C/ min;
 - 10 c) mantener la mezcla a una temperatura elevada de 110 °C-140 °C durante 0-120 min;
 - d) disminuir la temperatura de la mezcla a temperatura ambiente a un gradiente de 1 °C/min para obtener una solución de compuesto de rebaudiósido B;
 - e) secar por atomización la solución de compuesto de rebaudiósido B para obtener el compuesto de rebaudiósido B procesado; y
 - 15 f) mezclar el compuesto de rebaudiósido B procesado con rebaudiósido A.

FIG. 1



Rebaudiósido A

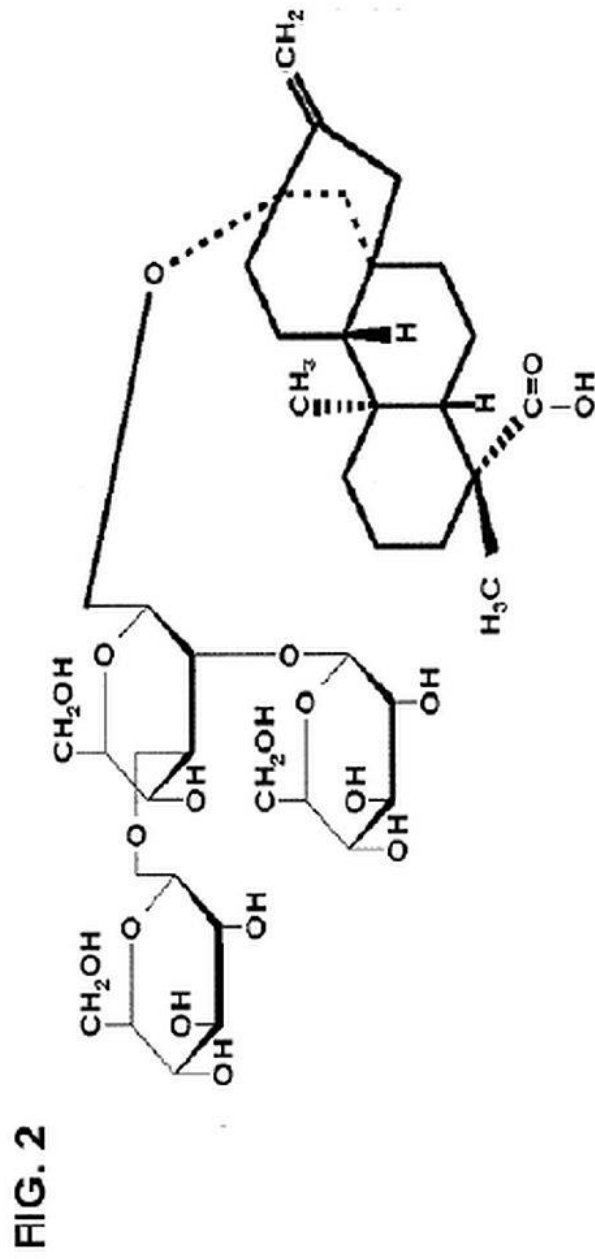
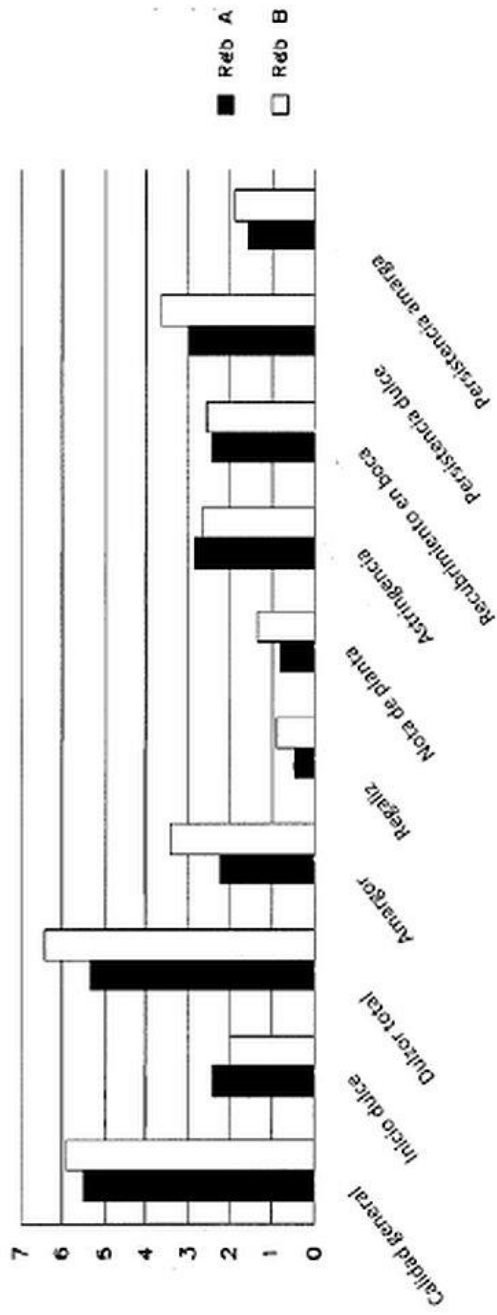


FIG. 3
 Perfil de dulzor de Reb A, Reb B



G. 4

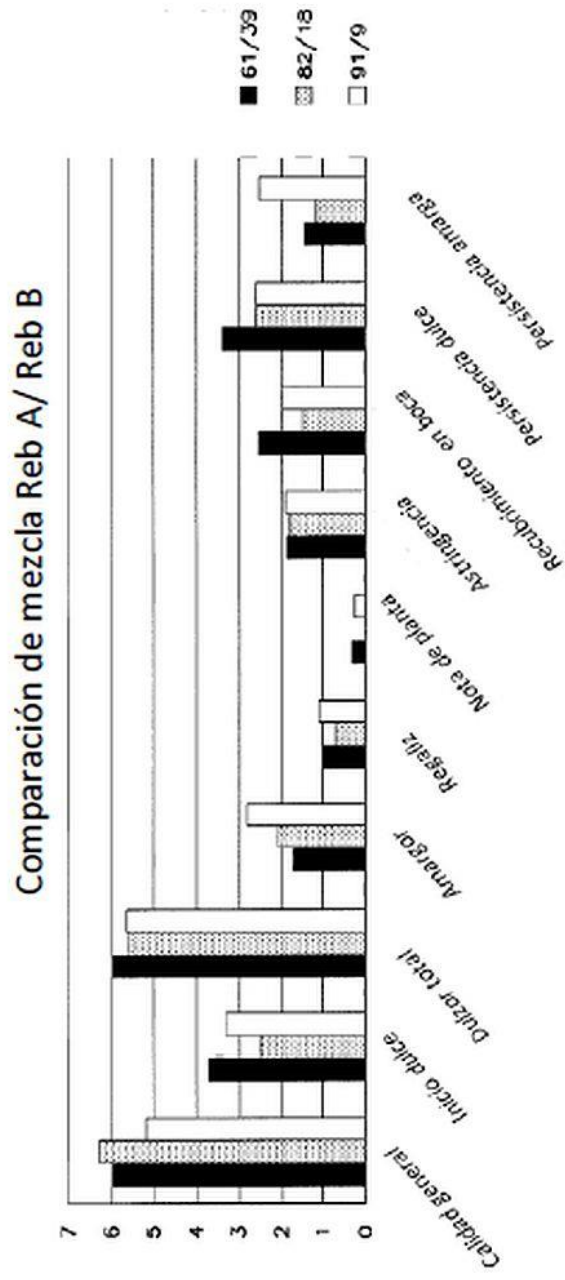
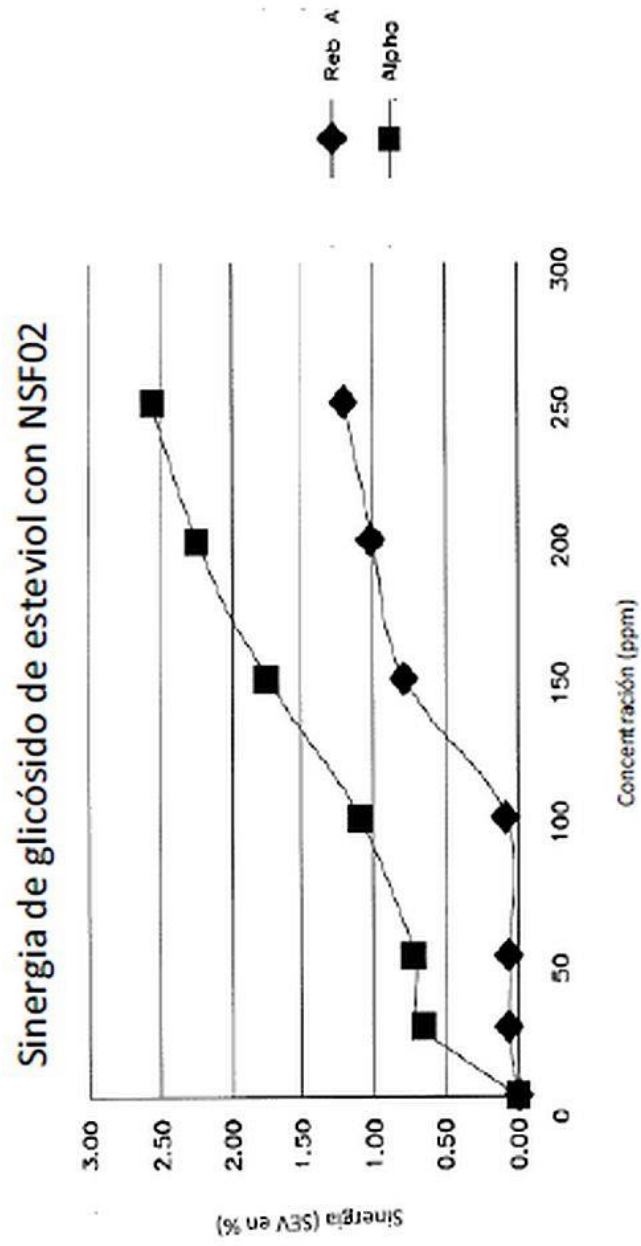


FIG. 5

Potencia de los edulcorantes (x equivalente de azúcar)

Dulzor equivalente del azúcar	3%	5%	7%	10%
Reb A	375	290	255	210
Reb B	220	160	133	120
Mezcla Reb A/Reb B 84/16	*	251	225	194

G. 6



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 4361697 A [0006]
- US 4082858 A [0006]
- US 4892938 A [0006]
- US 5972120 A [0006]
- US 5962678 A [0006]
- US 7838044 B [0006]
- US 7862845 B [0006]
- WO 2011094423 [0012]
- US 200905337 A1 [0012]
- US 2008292775 A1 [0012]
- WO 2012102769 A1 [0012]

Literatura no-patente que se cita en la descripción

- **CHANS S.S.; COOK, J.M.** Stability studies of stevioside and Rebaudioside A in carbonated beverages. J. Agric Food chem., 1983, vol 31, 409-412 [0004]
- **TANAKA O.** Improvement of taste of natural sweeteners. Pure Appl. Che., 1987, vol. 69, 675-683 [0005]
- Stevia: steps in developing a new sweetener **PHILLIPS K.C.** Developments in sweeteners. Elsevier Applied Science, 1989, vol. 3, 1-43 [0005]
- **PRAKASH I.; DUBOIS G.E.; CLOS J.F., WILKENS k.I.; FOSDICK L.E.** Development of Reviana, a natural, non-caloric sweetener, Fod Chem. Toxicol., 2008, vol. 46, S75-S-82 [0007]
- **CHEMICAL ABSTRACTS**, 58543-17-2 [0008]
- Constituents of Stevia Rebaudiana. **KENNELLY E.J.** the genus Stevia. Taylor & Francis, 2002, 71 [0008]
- **CRAMMER, B.; IKAN, R.** Sweet glycosides from the Stevia plant. Chemistry in Britain, 1986, vol. 22, 915-916, 918 [0008]
- **KOBAYASHI, M. HORIKAWA, S.; DEGRANDI, I.H.; UENO, J.; MITSUHASHI, H.** Dulcosides A and B, new diterpene glycosides from Stevia Rebaudiana Phytochemistry, 1977, vol. 16, 1405-1408 [0009]
- **FAO JECFA**, Steviol Glycosides, Compendium of Food Additive Specifications, FAO JECFA Monographs, (20100000), vol. 10, 17 - 21 [0009]
- Constituents of Stevia Rebaudiana **KINGHORN A.D.:** The genus Stevia, Taylor & Francis, (20020000), 8 [0011]