

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 752 701**

51 Int. Cl.:

A23G 3/36 (2006.01)
A23G 4/06 (2006.01)
A61K 9/68 (2006.01)
A23P 10/30 (2006.01)
A23L 27/30 (2006.01)
A61K 8/60 (2006.01)
A61K 8/81 (2006.01)
A61K 8/11 (2006.01)
A61Q 11/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.02.2017** **PCT/EP2017/054035**

87 Fecha y número de publicación internacional: **31.08.2017** **WO17144520**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.02.2017** **E 17706755 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.10.2019** **EP 3419433**

54 Título: **Edulcorantes encapsulados y procedimiento para su producción**

30 Prioridad:

25.02.2016 DE 102016203008

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

06.04.2020

73 Titular/es:

WACKER CHEMIE AG (100.0%)
Hanns-Seidel-Platz 4
81737 München, DE

72 Inventor/es:

WIMMER, THOMAS

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

Observaciones:

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

ES 2 752 701 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

Edulcorantes encapsulados y procedimiento para su producción

La invención se refiere a edulcorantes encapsulados, así como a un procedimiento para su producción.

En gomas de mascar inocuas para los dientes, las sustancias constitutivas dulces azúcar y jarabe de glucosa son reemplazadas a menudo por polioles en forma cristalina y en forma de soluciones concentradas, p. ej., jarabe de maltitol. Importantes sustancias sustituyentes del azúcar son los polioles, tales como, p. ej., sorbitol, maltitol, isomalta, manitol, xilitol, eritritol, palatinosa o lactitol.

Dado que el poder dulcificante de los polioles es la mayoría de las veces menor que el del azúcar, por norma general en gomas de mascar sin azúcar se emplean adicionalmente edulcorantes. Por edulcorantes se han de entender compuestos que presentan un poder dulcificante muchas veces superior en comparación con el azúcar y que no tienen valor nutritivo alguno o solo un valor nutritivo despreciable. A los edulcorantes pertenecen, p. ej., aspartamo, acesulfamo K, sal de aspartamo-acesulfamo, sucralosa, ciclamatos, neohesperidina, sacarina, estevia, alitame, neotam y taumatina. Los edulcorantes se emplean en este caso como sustancias individuales o como mezclas sinérgicas.

Un inconveniente de los edulcorantes en la goma de mascar es que el dulzor se pierde relativamente de forma rápida mediante el proceso de mascado. Una posibilidad conocida de reducir este inconveniente es retardar la liberación de edulcorantes mediante encapsulación.

Así, p. ej., el documento US 4384004 describe la encapsulación de aspartamo con etilcelulosa, hidroxipropilcelulosa o polivinil-pirrolidona. La preparación de acesulfamo K revestido con cera y el uso en goma de mascar se describen en el documento US 4885175. También la encapsulación con poli(acetato de vinilo) es conocida por numerosas patentes. En el documento US 5169658 se describe la encapsulación de sucralosa con poli(acetato de vinilo) reblandecido por calor (masa molar = 32.000 g/mol) en una amasadora doble Z. La liberación retardada en la goma de mascar se detecta de forma sensorial y analítica. En el Ejemplo 12 del documento US 4997659, alitame en forma de polvo y poli(acetato de vinilo) se extruden en un proceso de hilatura en masa fundida. El documento US 5165944 da a conocer un procedimiento para la encapsulación de acesulfamo-K, aspartamo, sacarina con poli(acetato de vinilo) (masa molar 50.000 – 80.000 g/mol) en una extrusora. Los hilos de hilatura obtenidos se desmenuzan y determinan en la goma de mascar un sabor que se mantiene durante un mayor tiempo.

La encapsulación de aspartamo y sacarina en una mezcla fundida a base de poli(acetato de vinilo) de alto peso molecular y monoestearato de glicerol se describe en el documento US 4711784.

La preparación de un aspartamo encapsulado con poli(acetato de vinilo) y estearato de magnesio en un proceso de extrusión se describe en el documento US 7244454. Una descripción detallada de la preparación de un edulcorante granulado encapsulado (acesulfamo-K) con poli(acetato de vinilo), aceite de soja parcialmente hidrogenado y monoestearato de glicerol se encuentra en el documento US 5000965. En el documento US 8828423 se da a conocer una dependencia de la liberación del dulzor de la resistencia a la tracción de una mezcla a base de poli(acetato de vinilo) de alto peso molecular, aceite hidrogenado, monoestearato de glicerol y los edulcorantes aspartamo y acesulfamo-K.

La misión de la invención es proporcionar una nueva composición de edulcorantes encapsulados.

El problema se resuelve mediante una composición de acuerdo con la reivindicación 1.

Eventualmente, la composición contiene, además, 0 – 10 % en peso de aditivos del grupo de los emulsionantes y grasas.

Preferiblemente, la composición se compone en un 10 – 30 % en peso de edulcorantes y en un 70 – 90 % en peso de copolímeros de acetato de vinilo – laurato de vinilo y 0 – 10 % en peso de aditivos del grupo de los emulsionantes y grasas.

Como edulcorantes se dan a conocer aspartamo, acesulfamo K, sal de aspartamo-acesulfamo, sucralosa, ciclamatos, neohesperidina, sacarina, estevia, alitame, neotam y taumatina. Los edulcorantes pueden emplearse solos o en mezclas sinérgicas. Mezclas de diferentes edulcorantes tienen de manera conocida un efecto positivo sobre el poder dulcificante y una mejora en el perfil de sabor en la aplicación. Edulcorantes utilizados en la invención son aspartamo, acesulfamo K y Sucralosa, y mezclas de estos edulcorantes.

Los copolímeros de acetato de vinilo – laurato de vinilo empleados de acuerdo con la invención tienen una relación de monómeros en el polímero de 4 – 15 % en peso de laurato de vinilo y, de manera correspondiente, 85 – 96 % en peso de acetato de vinilo.

- 5 La masa molar media ponderal de los copolímeros de acetato de vinilo – laurato de vinilo se encuentra preferiblemente en 10.000 – 250.000 g/mol, de manera particularmente preferida en 20.000 a 150.000 g/mol. La masa molar media ponderal M_w se determinó mediante cromatografía de exclusión por tamaños (SEC) frente a un patrón de poliestireno, en THF, a 40 °C, caudal 1,2 ml/min.

- 10 Como emulsionantes adecuados pueden utilizarse de acuerdo con la invención monoestearato de glicerol, ésteres de glicerol acetilados de ácidos grasos, ésteres de ácidos grasos de la sacarosa, ésteres del ácido diacetiltartárico de monoglicéridos, ésteres del ácido láctico o del ácido cítrico de monoglicéridos o lecitina. Se prefieren monestearato de glicerol y ésteres de glicerol acetilados de ácidos grasos.

Grasas adecuadas son grasas animales no endurecidas, parcialmente hidrogenadas y totalmente hidrogenadas y aceites vegetales, tales como, p. ej., sebo de ganado vacuno, aceite de soja, aceite de cacahuete, aceite de semillas de algodón, aceite de palma, aceite de semillas de palma, aceite de colza o aceite de girasol.

- 15 Las composiciones de acuerdo con la invención pueden prepararse mediante fundición del copolímero a 70 – 140 °C y mezcladura con el edulcorante y eventualmente del aditivo.

El edulcorante puede añadirse en este caso al mismo tiempo o con posterioridad. La mezcladura puede llevarse a cabo de forma continua o por tandas.

- 20 Para la mezcladura puede utilizarse una amasadora doble Z caldeable, una extrusora, una caldera con agitador o un mezclador planetario.

Después de la mezcladura, la masa se enfría y desmenuza. En este caso, pueden utilizarse a modo de ejemplo procedimientos, tales como, p. ej., granulación, granulación con corte, granulación con corte subacuática, rotura, molienda o molienda criogénica. En caso necesario, los productos desmenuzados pueden clasificarse mediante tamizado o separación por aire.

- 25 Las composiciones de acuerdo con la invención se pueden incorporar en diferentes productos, tales como, por ejemplo, dulces, productos medicinales, tales como, p. ej., cremas de adhesivos dentales, preparados farmacéuticos, así como productos cosméticos, p. ej., pasta dentífrica.

- 30 Particularmente adecuado es el uso en gomas de mascar, especialmente gomas de mascar sin azúcar. Las gomas de mascar sin azúcar se componen, por norma general, de una base de goma, polioles, componentes aromáticos, sustancias edulcorantes y otros aditivos, tales como, p. ej., colorantes, antioxidantes, emulsionantes, plastificantes y agentes humectantes. Como polioles encuentran uso sorbitol, maltitol, isomalt, manitol, xilitol, eritritol, palatinosa o lactitol o una mezcla de dos o más de estas sustancias que se pueden adquirir en parte también en forma de jarabes.

Las composiciones de acuerdo con la invención determinan en este caso una liberación retardada del dulzor y, con ello, se alcanza un sabor más duradero de la goma de mascar.

- 35 Los siguientes Ejemplos sirven para la explicación adicional de la invención.

Ejemplo 1: Preparación de un copolímero de acetato de vinilo – laurato de vinilo

- 40 En una caldera con agitador se dispusieron 3 kg de isopropanol junto con 2 kg de laurato de vinilo, 38 kg de acetato de vinilo y 8 g de peroxo-2-etilhexanoato de t-butilo y la polimerización se inició mediante calentamiento a 72 °C de la carga previa. Para el inicio se añadieron 8 g de peroxo-2-etilhexanoato de t-butilo y durante la polimerización se aportaron dosificadamente 100 g de peroxo-2-etilhexanoato de t-butilo en 1200 g de isopropanol en el espacio de 5 h. Después de otra hora, la temperatura se elevó a 120 °C. A continuación, se hizo el vacío en la caldera y en este caso se separaron por destilación disolventes y monómeros residuales. La masa fundida se dejó salir y se enfrió. Se obtuvo un producto transparente con una composición monomérica (% en peso) de 95% de acetato de vinilo y 5% de laurato de vinilo. La temperatura de transición vítrea se determinó con calorimetría diferencial de barrido (DSC) a 37 °C. La masa molar media ponderal se midió mediante SEC (cromatografía de exclusión por tamaños) con 105.000 g/mol.

Ejemplo 2: Preparación de un copolímero de acetato de vinilo – laurato de vinilo

En una caldera con agitador se dispusieron 4 kg de isopropanol junto con 4,8 kg de laurato de vinilo, 35,2 kg de acetato de vinilo y 10 g de peroxo-2-etilhexanoato de t-butilo y la polimerización se inició mediante calentamiento a

- 5 72 °C de la carga previa. Para el inicio se añadieron 8 g de peroxo-2-etilhexanoato de t-butilo y durante la polimerización se aportaron dosificadamente 136 g de peroxo-2-etilhexanoato de t-butilo en 1500 g de isopropanol en el espacio de 5 h. Después de otra hora, la temperatura se elevó a 120 °C. A continuación, se hizo el vacío en la caldera y en este caso se separaron por destilación disolventes y monómeros residuales. La masa fundida se dejó salir y se enfrió. Se obtuvo un producto transparente con una composición monomérica (% en peso) de 88% de acetato de vinilo y 12% de laurato de vinilo. La temperatura de transición vítrea se determinó con DSC a 32 °C. La masa molar media ponderal se midió mediante SEC con 46.000 g/mol.

Ejemplo 3: Preparación de un aspartamo encapsulado

- 10 700 g de un copolímero de acetato de vinilo – laurato de vinilo del Ejemplo 1 se fundieron en una amasadora doble Z a 105°C. A continuación, se añadieron 300 g de aspartamo finamente cristalino, la masa se amasó todavía durante 10 minutos a 105°C y se extrajo de la amasadora. Después del enfriamiento, la masa se desmenuzó en un molino. La concentración de aspartamo se determinó mediante HPLC en 30 %.

Ejemplo 4: Preparación de sucralosa encapsulada

- 15 750 g de un copolímero de acetato de vinilo – laurato de vinilo del Ejemplo 2 y 50 g de monoestearato de glicerol se fundieron en una amasadora doble Z a 95°C. A continuación, se añadieron 200 g de sucralosa pulverizada, la masa se amasó todavía durante 10 minutos a 95°C y se extrajo de la amasadora. Después del enfriamiento, la masa se desmenuzó en un molino. La concentración de sucralosa se determinó mediante HPLC en 20 %.

Ejemplo 5: Preparación de acesulfamo K encapsulado

- 20 700 g de un copolímero de acetato de vinilo – laurato de vinilo del Ejemplo 1 se fundieron en una amasadora doble Z a 100°C con 30 g de monoestearato de glicerol y 50 g de grasa de palma endurecida. A continuación, se añadieron 220 g de acesulfamo K, la masa se amasó todavía durante 5 minutos a 100°C y se extrajo de la amasadora. Después del enfriamiento, la masa se desmenuzó en un molino. La concentración de acesulfamo K se determinó mediante HPLC en 22 %.

Ejemplo 6: Preparación de una goma de mascar sin azúcar (Ejemplo Comparativo)

- 25 A partir de 300 g de una base de goma (Valencia T-PL / CAFOSA), 450 g de sorbitol, 108 de xilitol, 50 g de manitol, 75 g de jarabe de maltitol (Lycasin® 80/55), 15 g de aceite de menta y 2,0 g de aspartamo se prepara en una amasadora doble Z a 54°C una masa de goma de mascar. La masa se enfrió, se desenrolló a aprox. 1 mm de grosor y se cortó en tiras de en cada caso 2 g.

Ejemplo 7: Preparación de una goma de mascar sin azúcar (de acuerdo con la invención)

- 30 La preparación tiene lugar como se describe en el Ejemplo 6, solo que los 2 g de aspartamo fueron reemplazados por 6,67 g de aspartamo encapsulado (del Ejemplo 3).

Ejemplo 8:

Las gomas de mascar de los Ejemplos 6 y 7 se mascaron por distintas personas durante 2, 5, 10, 15 y 20 minutos. La masa mascada remanente se analizó mediante HPLC en cuanto al contenido en aspartamo remanente.

- 35 La siguiente Tabla muestra claramente la liberación retardada de los edulcorantes en la formulación de acuerdo con la invención.

Tiempo de mascado	Recuperación de aspartamo (Ej. 6)	Recuperación de aspartamo (Ej. 7)
0 minutos	100%	100%
2 minutos	93%	98%
5 minutos	81%	95%
10 minutos	71%	81%
15 minutos	50%	79%
20 minutos	41%	69%

REIVINDICACIONES

1. Composición de edulcorantes encapsulados que contiene 1-40 % en peso de edulcorantes, en donde los edulcorantes se eligen del grupo de aspartamo, acesulfamo K y sucralosa y mezclas de estos edulcorantes, así como 60 – 99 % en peso de copolímeros de acetato de vinilo-laurato de vinilo, en donde está presente una relación de monómeros en el copolímero de 4 – 15 % en peso de laurato de vinilo y 85 – 96 % en peso de acetato de vinilo.
5
2. Composición según la reivindicación 1, que contiene adicionalmente 0-10 % en peso de aditivos del grupo de emulsionantes y grasas.
3. Composición según la reivindicación 1 o 2, que se compone de 10 – 30 % en peso de edulcorantes y 70 – 90 % en peso de copolímeros de acetato de vinilo-laurato de vinilo y 0 – 10 % en peso de aditivos del grupo de emulsionantes y grasas.
10
4. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizada por que la masa molar media ponderal de los copolímeros de acetato de vinilo-laurato de vinilo asciende a 10.000 – 250.000 g/mol.
5. Composición según una de las reivindicaciones 2 a 4, caracterizada por que el emulsionante se elige del grupo de monoestearato de glicerol, ésteres de glicerol acetilados de ácidos grasos, ésteres de ácidos grasos de la sacarosa, ésteres del ácido diacetiltartárico de monoglicéridos, ésteres del ácido láctico o del ácido cítrico de monoglicéridos y lecitina.
15
6. Composición según una de las reivindicaciones 2 a 5, caracterizada por que la grasa se elige del grupo de grasas animales no endurecidas, parcialmente hidrogenadas y totalmente hidrogenadas y aceites vegetales.
7. Procedimiento para la preparación de una composición según una o varias de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que el copolímero se funde a 70 – 140 °C y se mezcla con el edulcorante y eventualmente los aditivos, se enfría y se desmenuza.
20
8. Uso de una composición según una o varias de las reivindicaciones 1 a 6 para su incorporación en dulces, productos medicinales o gomas de mascar.