

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 761 344**

51 Int. Cl.:

A23L 2/60 (2006.01)

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: **13.03.2013 PCT/US2013/030707**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.10.2013 WO13148177**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.03.2013 E 13769066 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.10.2019 EP 2830442**

54 Título: **Procedimiento para potenciar la solubilidad de rebaudiósido D en agua**

30 Prioridad:

26.03.2012 US 201213429473

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

19.05.2020

73 Titular/es:

**PEPSICO, INC. (100.0%)
700 Anderson Hill Road
Purchase, NY 10577, US**

72 Inventor/es:

**MUTILANGI, WILLIAM y
ZHANG, NAIJIE**

74 Agente/Representante:

LINAGE GONZÁLEZ, Rafael

ES 2 761 344 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

Procedimiento para potenciar la solubilidad de rebaudiósido D en agua

5 **Campo de la invención**

La presente invención está dirigida a potenciar la solubilidad de rebaudiósido D en agua.

10 **Antecedentes**

10 Los compuestos de glucósido de esteviol dulce están presentes en bajas concentraciones y se pueden extraer de materiales vegetales, en particular las hojas de la planta Stevia rebaudiana Bertoni. Un extracto de estevia bruto típicamente comprende esteviósido, esteviolbiósido, varios rebaudiósidos, incluyendo rebaudiósido A, rebaudiósido B, rebaudiósido C, rebaudiósido D y rebaudiósido E, y compuestos de dulcósido. Por conveniencia, los rebaudiósidos se pueden denominar aquí Reb A, Reb B, Reb C, etc.

15 De los rebaudiósidos, Reb A se usa comúnmente como edulcorante en aplicaciones de bebidas, pero tiene problemas de mal sabor. Reb D tiene un mejor carácter de azúcar y un sabor más deseable que Reb A, pero Reb D es difícil de usar en productos alimenticios debido a su baja solubilidad en agua a temperatura ambiente. Por ejemplo, Reb D es necesario que se caliente a una temperatura cercana al agua hirviendo durante 2 horas para lograr la disolución completa a una concentración de 0,8 %. Como máximo, solo de 300 a 450 ppm se pueden solubilizar en agua a 23 °C.

20 Debido a esta baja solubilidad, cuando se usa Reb D en bebidas, por ejemplo, es necesario que se combine con otros edulcorantes que tengan una buena solubilidad que sean más solubles en agua. Ahora existe un interés comercial en desarrollar composiciones edulcorantes con mayor contenido de Reb D, por ejemplo, composiciones edulcorantes que tengan una cantidad edulcorante de Reb D (es decir, una cantidad de Reb D que contribuya perceptiblemente a la dulzura total proporcionada por el edulcorante), por ejemplo, edulcorantes en los que Reb D es el edulcorante principal. Dicho desarrollo se ve impedido, en parte, por la falta de baja solubilidad en agua del Reb D, dificultando por tanto su uso en bebidas, por ejemplo. Sería ventajoso, por lo tanto, desarrollar procedimientos mejorados para potenciar la solubilidad de Reb D en agua a temperatura ambiente (20-25 °C).

25 Los procedimientos tradicionales para el procedimiento de fabricación de preparación de bebidas implican una etapa de jarabe concentrado intermedio que requiere una concentración de ingredientes de 6 veces en un concentrado o jarabe. A continuación, este jarabe se diluye 5 veces con agua. Esto funciona bien si todos los ingredientes del jarabe son solubles en agua hasta el grado de 6 veces el nivel en la bebida terminada. Reb D no es muy soluble (aproximadamente 300-450 ppm) y no se puede proporcionar en un jarabe o concentrado en cantidades suficientes para proporcionar una bebida endulzada.

40 En consecuencia, es un objetivo de algunos aspectos de la presente invención proporcionar procedimientos mejorados para potenciar la solubilidad de Reb D en agua. Los objetivos y ventajas adicionales de todos o determinados modos de realización de los sistemas y procedimientos divulgados aquí serán evidentes para los expertos en la técnica dado el beneficio de la siguiente divulgación y análisis de determinados modos de realización ejemplares.

45 El documento US 2011/0189360 divulga un procedimiento para incrementar el límite de solubilidad de rebaudiósido D en una solución acuosa.

50 El documento US 2011/0104353 divulga un procedimiento para mejorar la solubilidad en agua de rebaudiósido D.

Mani Upreti *et al* se refieren a la "Solubility enhancement of steviol glycosides and characterization of their inclusion complexes with gamma-cyclodextrin" en el International Journal of Molecular Sciences, vol n.º 12, 3 de diciembre de 2011 (2011-12-03), páginas 7529-7533, XP55121713, ISSN: 1661-6596, DOI: 10.3390/ijms 12117529.

55 El documentos US 2011/0195161 divulga glucósidos de terpeno potenciados en solubilidad.

Sumario

60 La presente invención se refiere a potenciar la solubilidad de Reb D en líquidos a base de agua tales como bebidas y concentrados de bebidas. La presente invención está dirigida a un procedimiento y a Reb D en polvo secado por pulverización como se define en las reivindicaciones.

65 En un aspecto, la presente divulgación está dirigida a un procedimiento de potenciación de la solubilidad de rebaudiósido D ("Reb D") en líquidos de base acuosa que comprende: preparar una solución transparente de Reb D añadiendo Reb D en polvo al agua y calentando para disolver completamente el Reb D en polvo o extrayendo Reb D de la planta de estevia usando agua caliente/hirviendo, en el que la temperatura de la solución transparente de Reb

D está por encima de 70 °C; mezclar la solución transparente de Reb D con un potenciador de solubilidad, en el que la temperatura de la solución potenciada de Reb D se mantiene por encima de 70 °C, y en el que el potenciador de solubilidad es un ácido orgánico soluble en agua o una sal del mismo o un edulcorante que contiene hidroxilo; añadir un estabilizador a la solución potenciada de Reb D; en el que el estabilizador comprende un espesante o agente antiaglomerante; y secar por pulverización la solución estabilizada de Reb D para formar un polvo.

En otro aspecto, la presente divulgación está dirigida a un procedimiento de potenciación de la solubilidad de rebaudiósido D ("Reb D") en líquidos de base acuosa que comprende: preparar una solución transparente de Reb D añadiendo Reb D en polvo al agua y calentando para disolver completamente el Reb D en polvo o extrayendo Reb D de la planta de estevia usando agua caliente/hirviendo, en el que la temperatura de la solución transparente de Reb D está por encima de 70 °C; añadir un estabilizador a la solución de Reb D para producir una solución estabilizada de Reb D; en el que el estabilizador comprende un espesante o agente antiaglomerante; y secar por pulverización la solución estabilizada de Reb D para formar un polvo.

15 Descripción detallada

Diversos ejemplos y modos de realización de la materia objeto según la invención divulgada aquí son posibles y serán evidentes para el experto en la técnica, dado el beneficio de la presente divulgación.

Las grandes cantidades de bebidas no se preparan típicamente en grandes lotes. En cambio, se combinan jarabe, agua y opcionalmente dióxido de carbono en el momento de su uso o en el momento del embotellado de la bebida. Tradicionalmente, una parte de jarabe se combina con cinco partes de agua. El jarabe es un concentrado y los ingredientes deben ser solubles en este concentrado. Por ejemplo, un edulcorante típico en las bebidas dietéticas es el aspartamo. El aspartamo debe ser soluble en el jarabe hasta 3000 ppm para proporcionar el valor de dulzura deseado de 500 ppm cuando se diluye con agua hasta una bebida final. Se pueden usar otros edulcorantes, incluyendo Reb A, en el jarabe. Sin embargo, típicamente Reb D no se usa, o solo se usa como un componente menor del edulcorante, debido a su escasa solubilidad en el jarabe.

La presente invención está dirigida a un procedimiento de potenciación de la solubilidad de Reb D en agua de modo que el Reb D sea adecuado para su uso en concentrados o jarabes. Dependiendo del procedimiento usado, la solubilidad se puede incrementar hasta 1500 ppm, o 3000 ppm, o 7000 ppm, e incluso hasta 8000 ppm a 23 °C.

En primer lugar, el Reb D en polvo se añade al agua y se calienta para disolver completamente el Reb D en polvo. La concentración del Reb D en el agua es inferior a un 3 % en peso, típicamente de un 0,1 a un 2,5 % en peso, o de un 0,5 a un 2,0 % en peso, o de un 1,0 % en peso.

El Reb D se puede añadir al agua precalentada, es decir, a una temperatura por encima de 70 °C, o la mezcla de Reb D en agua se puede calentar a una temperatura por encima de 70 °C, para solubilizar el Reb D en el agua. Típicamente la temperatura será de 80 a 100 °C. En cualquier caso, el agua calentada solubilizará el Reb D hasta una solubilidad máxima de un 2,5 % en peso. La solución resultante de Reb D debe ser transparente, lo que indica que todo el Reb D se ha disuelto.

De forma alternativa, de acuerdo con la presente divulgación, Reb D se puede extraer de una planta de estevia usando agua caliente/hirviendo. La temperatura del agua es lo suficientemente caliente como para extraer el Reb D y al menos 70 °C. La solución de Reb D se purifica con técnicas conocidas en la técnica. La temperatura de la solución transparente de Reb D debe permanecer por encima de 70 °C.

En este punto, la solución transparente de Reb D se puede secar por pulverización dando como resultado un polvo fino. La solubilidad del Reb D se incrementa a 1500 ppm en comparación con la solubilidad de 300 ppm para Reb D no tratado.

En segundo lugar, la solubilidad se potencia además mezclando la solución transparente de Reb D con un potenciador de solubilización que comprende un edulcorante que contiene hidroxilo. De forma alternativa, de acuerdo con la presente divulgación, la solubilidad se potencia además mezclando la solución transparente de Reb D con un potenciador de solubilización que comprende un ácido o sal orgánico soluble en agua. La concentración del potenciador de solubilización en la solución de Reb D solubilizado es de un 0,05 % - 70 % p/p.

La temperatura de la solución potenciada de Reb D se mantiene a 70 °C o por encima, típicamente de 70 a 80 °C, para mantener una solución transparente antes del secado por pulverización. La solución potenciada contiene una proporción de potenciador de solubilización con respecto a Reb D de 0,1:1 a 50:1, o 1:1 a 20:1, por ejemplo 10:1. El pH de la solución de 3 a 7.

Los ácidos orgánicos adecuados y sus sales son solubles en agua e incluyen ácido sórbico, ácido ascórbico, ácido benzoico, ácido cítrico, ácido tartárico, ácido propiónico, ácido butírico, ácido acético, ácido succínico, ácido glutárico, ácido maleico, ácido málico, ácido valérico, ácido caproico, ácido malónico, ácido aconítico, sorbato de potasio, benzoato de sodio, citrato de sodio, aminoácidos y combinaciones de cualquiera de ellos. Un beneficio de

los ácidos orgánicos y sales de los mismos es que no son nutritivos y, por tanto, no añaden calorías al Reb D en polvo.

De acuerdo con la presente invención, el edulcorante que contiene hidroxilo se selecciona del grupo que consiste en eritritol, maltodextrina, sacarosa, glicerol, propilenglicol, glucosa, fructosa, maltosa, dextrosa, xilosa, sorbitol, xilitol, manitol, maltitol, lactiol, arabitol, isomaltitol o combinaciones de cualquiera de ellos.

En algunos aspectos, los ácidos/sales orgánicas y los edulcorantes son ácido ascórbico, sorbato de potasio, benzoato de sodio, eritritol, maltodextrina, sacarosa o combinaciones de cualquiera de ellos.

Se ha informado de que la potenciación de la solubilidad y la biodisponibilidad se puede lograr a través de la cocrystalización de un compuesto que es insoluble en agua con un potenciador de solubilización. Por ejemplo, la solubilidad y la biodisponibilidad de quercetina se pueden incrementar 14 veces y 10 veces, respectivamente, por cocrystalización de quercetina con cafeína en una proporción de masa de 2:1 (Adam J. Smith *et al.* "Mol. Pharmaceutics", 2011, 8 (5), pp 1867-1876.) Por lo tanto, se cree que los ácidos/sales orgánicos solubles en agua y los edulcorantes que contienen hidroxilo disminuyen la estructura cristalina y promueven la hidratación de Reb D. Además, los ácidos/sales orgánicos y los edulcorantes que contienen hidroxilo pueden formar complejos de cocrystal con Reb D a través de enlaces de hidrógeno y/o complejo huésped-hospedador que da como resultado una solubilidad incrementada del Reb D en agua. Finalmente, los ácidos/sales orgánicos y los edulcorantes que contienen hidroxilo mantendrán o incrementarán la intensidad del dulzor en el producto de bebida final. El sorbato de potasio o el benzoato de sodio no solo pueden potenciar la solubilidad de Reb D, sino que también actúan como conservantes en las bebidas terminadas.

En tercer lugar, la solución de Reb D se estabiliza por la adición de un estabilizador en forma de espesante o aditivo antiaglomerante, tal como un polisacárido. El estabilizador puede incrementar la eficacia del secado por pulverización, la recuperación de Reb D, así como prevenir que Reb D se cristalice cuando se disuelve en agua. De acuerdo con la presente invención, el estabilizador se selecciona del grupo que consiste en goma arábica, pectina, carragenina, goma ghatti, goma de acacia, goma guar, goma xantana, goma garrofín, goma gellan, agar, almidón, alginato, celulosa, almidón modificado, carboximetilcelulosa (CMC) o la combinación de los mismos. La proporción de estabilizador con respecto a Reb D puede ser de 0,01:1 a 5:1. El estabilizador se puede añadir como un sólido o una solución.

En cuarto lugar, la solución transparente de Reb D que contiene potenciador de solubilización y estabilizador se seca por pulverización para formar Reb D en polvo secado por pulverización. El secado por pulverización proporciona polvos finos con una gran área de superficie.

El Reb D en polvo secado por pulverización tiene una solubilidad de hasta 8000 ppm a 23 °C. Este Reb D en polvo se puede añadir a los concentrados de bebidas en cantidades de al menos 1200 ppm y hasta 5000 ppm, típicamente de 1800 a 3000 ppm, a temperatura ambiente (20-25 °C).

El Reb D en polvo resultante que contiene los ácidos orgánicos o sales de los mismos o el edulcorante que contiene hidroxilo se disuelve en agua rápidamente con una energía de mezclado mínima. Las bebidas elaboradas con Reb D en polvo modificado tienen un perfil de sabor comparable al de las bebidas elaboradas con Reb D no tratado. Es decir, el Reb D en polvo tratado mantiene las características de dulzor del Reb D no tratado. Además, los alditoles no solo potencian la solubilidad de Reb D, sino que también pueden incrementar el dulzor sobre todo.

De acuerdo con otro aspecto de la presente divulgación, la solubilidad del Reb D se puede incrementar hasta 1500 ppm a 23 °C. Este aspecto es similar al aspecto descrito anteriormente, pero sin la adición de potenciador de solubilización.

En primer lugar, el Reb D en polvo se añade al agua y se calienta para disolver completamente el Reb D en polvo. La concentración de Reb D en el agua es inferior a un 2,5 % en peso, típicamente de un 0,1 a un 2,5 % en peso, o de un 0,5 a un 2,0 % en peso, o de un 1,0 % en peso.

El Reb D se puede añadir al agua precalentada, es decir, a una temperatura por encima de 70 °C, o la mezcla de Reb D en agua se puede calentar a una temperatura por encima de 70 °C, para solubilizar el Reb D en el agua. Típicamente la temperatura será de 80 a 100 °C. En cualquier caso, el agua calentada solubilizará el Reb D hasta una solubilidad máxima de un 2,5 % en peso. La solución resultante de Reb D debe ser transparente, lo que indica que todo el Reb D se ha disuelto.

De forma alternativa, Reb D se puede extraer de una planta de estevia usando agua caliente/hirviendo. La temperatura del agua es lo suficientemente caliente como para extraer el Reb D y al menos 70 °C. La solución de Reb D se purifica con técnicas conocidas en la técnica. La temperatura de la solución transparente de Reb D debe permanecer por encima de 70 °C.

ES 2 761 344 T3

En este punto, la solución transparente de Reb D se puede secar por pulverización dando como resultado un polvo fino. La solubilidad del Reb D se incrementa a 1500 ppm en comparación con la de 300 ppm de Reb D no tratado.

5 En segundo lugar, la solución de Reb D se estabiliza por la adición de un estabilizador en forma de espesante o aditivo antiaglomerante, tal como un polisacárido. Los polisacáridos adecuados incluyen goma gellan, goma arábica, pectina, carragenina, goma ghatti, goma de acacia, goma guar, goma xantana, goma garrofín, agar, almidón, alginato, celulosa, almidón modificado, carboximetilcelulosa (CMC) o la combinación de los mismos.

10 La temperatura de la solución de Reb D se mantiene por encima de 70 °C, típicamente de 70 a 80 °C, para mantener una solución transparente antes del secado por pulverización.

15 En tercer lugar, la solución estabilizada de Reb D que contiene un potenciador de solubilización se seca por pulverización para formar Reb D en polvo secado por pulverización. El secado por pulverización proporciona polvos finos que proporcionan una gran área de superficie. Los tamaños de partículas finos son en general de 1 a 300 micrómetros. Cuanto más fino sea el tamaño de partícula, mayor será el área de superficie total y mayor será la tasa de disolución cuando se añade el polvo al concentrado.

20 El Reb D en polvo secado por pulverización tiene una solubilidad de hasta 3000 ppm a 23 °C. Este Reb D en polvo se puede añadir a concentrados de bebidas en cantidades de al menos 1200 ppm y hasta 3000 ppm, típicamente de 1800 a 3000 ppm, a temperatura ambiente.

25 La solución resultante de Reb D se disuelve en agua rápidamente con una energía de mezclado mínima. Las bebidas elaboradas con Reb D en polvo estabilizado tienen un perfil de sabor comparable a las bebidas elaboradas con Reb D no tratado. Es decir, el Reb D en polvo estabilizado mantiene las características de dulzor del Reb D no tratado.

30 Las bebidas preparadas con el Reb D en polvo de acuerdo con cualquiera de los aspectos analizados anteriormente, son estables a pH de 3 a 5 y son transparentes sin que se observe sedimentación, precipitación y cambio de color a lo largo del tiempo.

35 Reb D se obtiene de la planta de estevia de cualquier manera adecuada. Por ejemplo, el Reb D se puede extraer con agua caliente/hirviendo o mezcla de agua/etanol. El Reb D se aísla y purifica. Como se indica anteriormente, esta solución se puede secar por pulverización dando como resultado una solubilidad incrementada.

40 El secado por pulverización puede ser por cualquier procedimiento adecuado con cualquier equipo adecuado. El mini secador por pulverización Buchi se usa para producir Reb D en polvo. Las condiciones de la máquina son como sigue: capacidad de evaporación: 1,0 l/h de agua; flujo de aire: máx. de 35 m³/h; temperatura de entrada máxima: 220 °C; gas y presión de pulverización: aire comprimido o nitrógeno, 200-1000 l/h, 5-8 bar; diámetro de boquilla: 0,7 mm.

45 El Reb D en polvo preparado de acuerdo con los modos de realización en el presente documento se puede usar en productos de bebidas que incluyen formulaciones líquidas listas para beber, concentrados de bebidas y similares. El Reb D es en particular útil para concentrados de bebidas o jarabes donde son necesarias cantidades mucho mayores de edulcorante en solución.

50 Las bebidas incluyen, por ejemplo, bebidas gaseosas y no gaseosas, bebidas de surtidor, bebidas congeladas listas para beber, bebidas de café, bebidas de té, bebidas lácteas, bebidas gaseosas en polvo, así como concentrados líquidos, aguas saborizadas, aguas potenciadas, zumos de frutas y bebidas con sabor a zumos de frutas, bebidas isotónicas y productos alcohólicos.

55 Los términos "concentrado de bebida" y "jarabe" se usan de manera intercambiable a lo largo de la presente divulgación. Al menos determinados modos de realización ejemplares de los concentrados de bebidas contemplados se preparan con un volumen inicial de agua al que se le añaden los ingredientes adicionales. Se pueden formar composiciones de bebida sin diluir a partir del concentrado de bebida añadiendo volúmenes adicionales de agua al concentrado. Típicamente, por ejemplo, se pueden preparar bebidas sin diluir a partir de los concentrados combinando aproximadamente 1 parte de concentrado con entre aproximadamente 3 a aproximadamente 7 partes de agua. En determinados modos de realización ejemplares, la bebida sin diluir se prepara combinando 1 parte de concentrado con 5 partes de agua. En determinados modos de realización ejemplares, el agua adicional usada para formar las bebidas sin diluir es agua carbonatada. En otros modos de realización determinados, se prepara directamente una bebida sin diluir sin la formación de un concentrado y posterior dilución.

60 El agua es un ingrediente básico en los productos de bebidas divulgados aquí, siendo típicamente el vehículo o la parte líquida principal en la que se disuelven, emulsionan, suspenden o dispersan los ingredientes restantes. Se puede usar agua purificada en la fabricación de determinados modos de realización de las bebidas divulgadas aquí, y se puede emplear agua de una calidad de bebida estándar para no afectar negativamente el sabor, olor o aspecto de la bebida. El agua típicamente será transparente, incolora, libre de minerales, sabores y olores desagradables,

libre de materia orgánica, de baja alcalinidad y de calidad microbiológica aceptable en base a los estándares de la industria y el gobierno aplicables al momento de producir la bebida. En determinados modos de realización típicos, el agua está presente a un nivel de aproximadamente un 80 % a aproximadamente un 99,9 % en peso de la bebida. En al menos determinados modos de realización ejemplares, el agua usada en las bebidas y los concentrados divulgados aquí es "agua tratada", que se refiere al agua que se ha tratado para reducir los sólidos disueltos totales del agua antes de la suplementación opcional, por ejemplo, con calcio como se divulga en la patente de EE. UU. n.º 7.052.725. Los procedimientos de producción de agua tratada son conocidos por los expertos en la técnica e incluyen desionización, destilación, filtración y ósmosis inversa ("o/i"), entre otros. Los términos "agua tratada", "agua purificada", "agua desmineralizada", "agua destilada" y "agua de o/i" se entiende, en general, que son sinónimos en este análisis, refiriéndose al agua de la que se ha eliminado sustancialmente todo el contenido mineral, conteniendo típicamente no más de aproximadamente 500 ppm de sólidos disueltos totales, por ejemplo, 250 ppm de sólidos disueltos totales.

EJEMPLOS

Ejemplo 1 (no de acuerdo con la invención)

A un vaso de precipitados de 1000 ml, se añadieron 3 g de Reb D y 600 g de agua. Se calentó la mezcla de Reb D a 80-100 °C hasta que se disolvió por completo. Se mantuvo la temperatura por encima de 70 °C para mantener la solución transparente de Reb D. Posteriormente, se sometió la solución transparente de Reb D a secado por pulverización dando como resultado un polvo que contenía un 95 % de Reb D.

Ejemplo 2 (no de acuerdo con la invención)

A un vaso de precipitados de 1000 ml, se añadieron 3 g de Reb D y 580 g de agua. Se calentó la mezcla de Reb D a 80-100 °C hasta que se disolvió por completo. A continuación, se añadieron 6 g (25 %) de solución de goma arábiga. Se mantuvo la temperatura por encima de 70 °C para mantener la solución transparente de Reb D. Posteriormente, se sometió la solución transparente de Reb D a secado por pulverización dando como resultado un polvo que contenía un 66,67 % de Reb D.

Ejemplo 3

A un vaso de precipitados de 1000 ml, se añadieron 3 g de Reb D y 580 g de agua. Se calentó la mezcla de Reb D a 80-100 °C hasta que se disolvió por completo. A continuación, se añadieron 9 g de sacarosa y 6 g (25 %) de goma arábiga. Se mantuvo la temperatura por encima de 70 °C para mantener la solución transparente de Reb D. Posteriormente, se sometió la solución transparente de Reb D a secado por pulverización dando como resultado un polvo que contenía un 22,2 % de Reb D.

Ejemplo 4

A un vaso de precipitados de 1000 ml, se añadieron 3 g de Reb D y 580 g de agua. Se calentó la mezcla de Reb D a 80-100 °C hasta que se disolvió por completo. A continuación, se añadieron 9 g de maltodextrina, 3 g de eritritol y 6 g (25 %) de goma arábiga. Se mantuvo la temperatura por encima de 70 °C para mantener la solución transparente de Reb D. Posteriormente, se sometió la solución transparente de Reb D a secado por pulverización dando como resultado un polvo que contenía un 18,18 % de Reb D.

Ejemplo 5

A un vaso de precipitados de 1000 ml, se añadieron 3 g de Reb D y 580 g de agua. Se calentó la mezcla de Reb D a 80-100 °C hasta que se disolvió por completo. A continuación, se añadieron 3 g de maltodextrina, 3 g de eritritol y 6 g (25 %) de goma arábiga. Se mantuvo la temperatura por encima de 70 °C para mantener la solución transparente de Reb D. Posteriormente, se sometió la solución transparente de Reb D a secado por pulverización dando como resultado un polvo que contenía un 28,57 % de Reb D.

Ejemplo 6

A un vaso de precipitados de 1000 ml, se añadieron 3 g de Reb D y 580 g de agua. Se calentó la mezcla de Reb D a 80-100 °C hasta que se disolvió por completo. A continuación, se añadieron 6 g de maltodextrina, 3 g de eritritol y 12 g (25 %) de goma arábiga. Se mantuvo la temperatura por encima de 70 °C para mantener la solución transparente de Reb D. Posteriormente, se sometió la solución transparente de Reb D a secado por pulverización dando como resultado un polvo que contenía un 20 % de Reb D.

Ejemplo 7

A un vaso de precipitados de 1000 ml, se añadieron 3 g de Reb D y 580 g de agua. Se calentó la mezcla de Reb D a 80-100 °C hasta que se disolvió por completo. A continuación, se añadieron 9 g de maltodextrina y 6 g (25 %) de

solución de goma arábica. Se mantuvo la temperatura por encima de 70 °C para mantener la solución transparente de Reb D. Posteriormente, se sometió la solución transparente de Reb D a secado por pulverización dando como resultado un polvo que contenía un 22,2 % de Reb D.

5 Ejemplo 8

10 A un vaso de precipitados de 1000 ml, se añadieron 3 g de Reb D y 550 g de agua. Se calentó la mezcla de Reb D a 80-100 °C hasta que se disolvió por completo. A continuación, se añadieron 30 g de maltodextrina, 24 g de eritritol y 12 g (25 %) de goma arábica. Se mantuvo la temperatura por encima de 70 °C para mantener la solución transparente de Reb D. Posteriormente, se sometió la solución transparente de Reb D a secado por pulverización dando como resultado un polvo que contenía un 5 % de Reb D.

Ejemplo 9 (no de acuerdo con la invención)

15 A un vaso de precipitados de 1000 ml, se añadieron 3 g de Reb D y 800 g de agua. Se calentó la mezcla de Reb D a 80-100 °C hasta que se disolvió por completo. A continuación, se añadieron 24 g (25 %) de solución de goma arábica. Se mantuvo la temperatura por encima de 70 °C para mantener la solución transparente de Reb D. Posteriormente, se sometió la solución transparente de Reb D a secado por pulverización dando como resultado un polvo que contenía un 33,3 % de Reb D.

20 Ejemplo 10

25 A un vaso de precipitados de 1000 ml, se añadieron 3 g de Reb D y 516 g de agua. Se calentó la mezcla de Reb D a 80-100 °C hasta que se disolvió por completo. A continuación, se añadieron 60 g de maltodextrina y 24 g (25 %) de solución de goma arábica. Se mantuvo la temperatura por encima de 70 °C para mantener la solución transparente de Reb D. Posteriormente, se sometió la solución transparente de Reb D a secado por pulverización dando como resultado un polvo que contenía un 4,35 % de Reb D.

30 Ejemplo 11

35 A un vaso de precipitados de 1000 ml, se añadieron 3 g de Reb D y 580 g de agua. Se calentó la mezcla de Reb D a 80-100 °C hasta que se disolvió por completo. A continuación, se añadieron 45 g de maltodextrina y 24 g (25 %) de solución de goma arábica. Se mantuvo la temperatura por encima de 70 °C para mantener la solución transparente de Reb D. Posteriormente, se sometió la solución transparente de Reb D a secado por pulverización dando como resultado un polvo que contenía un 5,56 % de Reb D.

Ejemplo 12

40 A un vaso de precipitados de 1000 ml, se añadieron 3 g de Reb D y 580 g de agua. Se calentó la mezcla de Reb D a 80-100 °C hasta que se disolvió por completo. A continuación, se añadieron 30 g de maltodextrina y 24 g (25 %) de solución de goma arábica. Se mantuvo la temperatura por encima de 70 °C para mantener la solución transparente de Reb D. Posteriormente, se sometió la solución transparente de Reb D a secado por pulverización dando como resultado un polvo que contenía un 7,69 % de Reb D.

45 Ejemplo 13 (no de acuerdo con la invención)

50 A un vaso de precipitados de 1000 ml, se añadieron 1,5 g de Reb D y 500 g de agua. Se calentó la mezcla de Reb D a 80-100 °C hasta que se disolvió por completo. A continuación, se añadieron 30 g de eritritol. Se mantuvo la temperatura por encima de 70 °C para mantener la solución transparente de Reb D. Posteriormente, se sometió la solución transparente de Reb D a secado por pulverización dando como resultado un polvo que contenía un 4,76 % de Reb D.

Ejemplo 14 (no de acuerdo con la invención)

55 A un vaso de precipitados de 2000 ml, se añadieron 5 g de Reb D y 995 g de agua. Se calentó la mezcla de Reb D a 80-100 °C hasta que se disolvió por completo. A continuación, se añadieron 5 g de sacarosa. Se mantuvo la temperatura por encima de 70 °C para mantener la solución transparente de Reb D. Posteriormente, se sometió la solución transparente de Reb D a secado por pulverización dando como resultado un polvo que contenía un 47,5 % de Reb D.

60 Ejemplo 15 (no de acuerdo con la invención)

65 A un vaso de precipitados de 2000 ml, se añadieron 5 g de Reb D y 995 g de agua. Se calentó la mezcla de Reb D a 80-100 °C hasta que se disolvió por completo. A continuación, se añadieron 2,5 g de sacarosa. Se mantuvo la temperatura por encima de 70 °C para mantener la solución transparente de Reb D. Posteriormente, se sometió la

solución transparente de Reb D a secado por pulverización dando como resultado un polvo que contenía un 63,3 % de Reb D.

Ejemplo 16 (no de acuerdo con la invención)

5 A un vaso de precipitados de 1000 ml se añadieron 5 g de Reb D (95 %) y 980 g de agua. Se calentó la mezcla de Reb D a 80-100 °C hasta que se disolvió por completo. A continuación, se añadieron 10 g de glucosa. Se mantuvo la temperatura por encima de 70 °C para mantener la solución transparente de Reb D. Posteriormente, se sometió la solución transparente de Reb D a secado por pulverización dando como resultado un polvo que contenía un 31,67 % de Reb D.

Ejemplo 17 (no de acuerdo con la invención)

15 A un vaso de precipitados de 1000 ml se añadieron 5 g de Reb D (95 %) y 980 g de agua. Se calentó la mezcla de Reb D a 80-100 °C hasta que se disolvió por completo. A continuación, se añadieron 10 g de sorbato de potasio. Se mantuvo la temperatura por encima de 70 °C para mantener la solución transparente de Reb D. Posteriormente, se sometió la solución transparente de Reb D a secado por pulverización dando como resultado un polvo que contenía un 31,67 % de Reb D.

Ejemplo 18 (no de acuerdo con la invención)

20 A un vaso de precipitados de 1000 ml se añadieron 5 g de Reb D (95 %) y 980 g de agua. Se calentó la mezcla de Reb D a 80-100 °C hasta que se disolvió por completo. A continuación, se añadieron 10 g de benzoato de sodio. Se mantuvo la temperatura por encima de 70 °C para mantener la solución transparente de Reb D. Posteriormente, se sometió la solución transparente de Reb D a secado por pulverización dando como resultado un polvo que contenía un 31,67 % de Reb D.

Table 1. Solubilidad de Reb D modificado en agua

ID de muestra	Composición	Solubilidad (23 °C)
		(ppm)
Control	Reb D no tratado	350
Ejemplo 1	95 % de Reb D	1500
Ejemplo 2	66,67 de Reb D/33,3 % de goma arábica	2500
Ejemplo 3	22,2 % de Reb D/66,7 de sacarosa/11,1 de goma arábica	6000
Ejemplo 4	18,18 % de Reb D/54,5 % de maltodextrina/18,18 % de eritritol/9 % de goma arábica	5000
Ejemplo 5	28,57 % de Reb D/28,57 % de maltodextrina/28,57 % de eritritol/14,25 % de goma arábica	7000
Ejemplo 6	20 % de Reb D/40 % de maltodextrina/20 % de eritritol/20 % de goma arábica	4500
Ejemplo 7	22,2 % de Reb D/66,7 % de maltodextrina/11,1 de goma arábica	5000
Ejemplo 8	5 % de Reb D/50 % de maltodextrina/40 % de eritritol/5 % de goma arábica	7000
Ejemplo 9	33,3 % de Reb D/66,7 % de goma arábica	3000

ES 2 761 344 T3

Ejemplo 10	4,35 % de Reb D/86,9 % de maltodextrina/8,7 % de goma arábica	3000
Ejemplo 11	5,56 % de Reb D/83,3 % de maltodextrina/11,1 de goma arábica	2500
Ejemplo 12	7,69 % de Reb D/77 % de maltodextrina/15,4 % de goma arábica	2500
Ejemplo 14	47,5 % de Reb D/50 % de sacarosa	3500
Ejemplo 15	63,3 % de Reb D/33,3 % de sacarosa	2500
Ejemplo 16	31,7 % de Reb D/66,7 % de glucosa	8000
Ejemplo 17	31,7 % de Reb D/66,7 % de sorbato de potasio	8000
Ejemplo 18	31,7 % de Reb D/66,7 % de benzoato de sodio	2200

5 Como se usa en la presente divulgación, a menos que se especifique de otro modo, el término "añadido" o "combinado" y términos similares significan que los múltiples ingredientes o componentes mencionados (por ejemplo, uno o más potenciadores de solubilidad, polisacáridos, etc.) se combinan de cualquier manera y en cualquier orden, con o sin agitación o similar, etc. Por ejemplo, uno o más ingredientes se pueden disolver en uno o más de otros ingredientes, o pulverizarse conjuntamente, etc. Como se usa aquí, una suspensión, puede ser una suspensión, dispersión u otra forma de material fluidizable.

REIVINDICACIONES

- 5 **1.** Un procedimiento de preparación de rebaudiósido D ("Reb D") en polvo secado por pulverización que tiene solubilidad potenciada en líquidos de base acuosa que comprende:
 - a. preparar una solución transparente de Reb D añadiendo polvo de Reb D al agua y calentando para disolver completamente el Reb D en polvo en el que la temperatura de la solución transparente de Reb D está por encima de 70 °C;
 - 10 b. mezclar la solución transparente de Reb D con un potenciador de solubilización para producir una solución potenciada de Reb D, en la que la temperatura de la solución potenciada de Reb D se mantiene por encima de 70 °C, en la que el potenciador de solubilización es un edulcorante que contiene hidroxilo seleccionado del grupo que consiste en eritritol, sacarosa, maltodextrina, glicerol, propilenglicol, glucosa, fructosa, maltosa, dextrosa, xilosa, sorbitol, xilitol, manitol, maltitol, lactiol, arabitol, isomaltitol o mezclas de cualquiera de ellos, y en la que la proporción de edulcorante que contiene hidroxilo con respecto a Reb D es de 0,1:1 a 50:1;
 - 15 c. añadir un estabilizador a la solución potenciada de Reb D para producir una solución estabilizada de Reb D; en el que el estabilizador se selecciona del grupo que consiste en goma arábica, pectina, carragenina, goma ghatti, goma de acacia, goma guar, goma xantana, goma gellan, goma garrofín, agar, almidón, alginato, celulosa, almidón modificado, carboximetilcelulosa (CMC) o mezclas de cualquiera de ellos; y
 - 20 d. secar por pulverización la solución estabilizada de Reb D para formar un polvo secado por pulverización.
- 25 **2.** El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la concentración de Reb D en la solución transparente de Reb D en la etapa (a) es de un 0,05 % en peso a un 2,5 % en peso.
- 3.** El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que la solución estabilizada se mantiene por encima de 70 °C para mantener una solución transparente.
- 30 **4.** El procedimiento de la reivindicación 3, en el que el edulcorante que contiene hidroxilo es sacarosa, maltodextrina, eritritol o una combinación de los mismos.
- 5.** El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende añadir Reb D en polvo al agua a una temperatura por encima de 70 °C o añadir Reb D en polvo al agua y a continuación calentar a una temperatura por encima de 70 °C.
- 35 **6.** El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la temperatura en la etapa (a) es de 80 a 100 °C.
- 40 **7.** El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la solución potenciada de Reb D se mantiene por encima de 70 °C para mantener una solución transparente.
- 8.** El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que la proporción de estabilizador con respecto a Reb D es de 0,01:1 a 5:1.
- 45 **9.** El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-8, en el que el polvo secado por pulverización tiene un tamaño de partícula de 1 a 300 micrómetros.
- 10.** El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-8, en el que el polvo secado por pulverización tiene una solubilidad de hasta 8000 ppm a 23 °C.
- 50 **11.** El procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-8, en el que el estabilizador es goma arábica.
- 55 **12.** Reb D en polvo secado por pulverización, obtenido de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-11.