

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 773 830**

51 Int. Cl.:

**A23L 2/52** (2006.01)

**A23L 2/385** (2006.01)

**A23L 2/44** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **18.02.2016 PCT/US2016/018424**

87 Fecha y número de publicación internacional: **25.08.2016 WO16134119**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.02.2016 E 16753041 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.12.2019 EP 3258795**

54 Título: **Estabilización de ácido sórbico en sirope para bebida**

30 Prioridad:

**20.02.2015 US 201514627075**

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

**15.07.2020**

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 2 773 830 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**

Estabilización de ácido sórbico en sirope para bebida

**5 Campo de la invención**

La invención se refiere a un método para estabilizar ácido sórbico en bebidas y sirope para bebida. En particular, el método se refiere a la estabilización de ácido sórbico en siropes para bebida de dispensador.

**10 Antecedentes de la invención**

La demanda de los consumidores de bebidas refrescantes ha dado lugar a la introducción de muchos tipos de bebidas. La distribución comercial de bebidas requiere que las bebidas, y el sirope a partir del que se preparan las bebidas, se protejan de su alteración si no se consumen o usan tras su fabricación.

15 Las bebidas se pueden mantener en condiciones que retrasen significativamente la actividad de los agentes microbianos y otros agentes alterantes, tales como bacterias, mohos y hongos. Dichas condiciones a menudo requieren, por ejemplo, refrigeración hasta que se consuma la bebida o sirope. El mantenimiento de dichas condiciones a menudo no es posible o práctico.

20 Otro método de retraso de la actividad microbiana es añadir conservantes a la bebida. Son conocidos muchos conservantes. Sin embargo, los conservantes conocidos típicamente tienen desventajas que limitan su uso en bebidas. Por ejemplo, los conservantes pueden conferir un sabor desagradable a la bebida cuando se usan en una concentración suficiente como para proporcionar un efecto conservante. Los conservantes también pueden afectar de forma adversa a la apariencia de la bebida.

25 Algunos conservantes precipitan o forman cristales o un flóculo en condiciones de fabricación o almacenamiento de una bebida o de un sirope a partir del que se prepara una bebida. Algunos conservantes pueden enturbiar la bebida, lo que es inaceptable para el consumidor si se espera que la bebida sea transparente. Dichos fenómenos típicamente son inaceptables para los consumidores, no solo debido a determinadas ideas preconcebidas relacionadas con la apariencia, sino también debido a que los consumidores a menudo equiparan la turbiedad y formación de partículas con la alteración de la bebida. Los flóculos, cristales, o sedimentos o depósitos similares a sedimento en una botella de bebida también son inaceptables para los consumidores debido a que los sólidos típicamente saben mal y presentan una sensación bucal desagradable (por ejemplo, una sensación bucal granulosa o arenosa).

30 A menudo las bebidas se preparan a partir de concentrados que se diluyen. A continuación, las bebidas se proporcionan de inmediato a un consumidor o se envasan para su distribución y consumo. Los concentrados, a menudo llamados siropes, se despachan convenientemente y, a continuación, se usan para preparar bebidas en un proceso de una etapa. Por tanto, es conveniente poner todos los ingredientes, incluyendo los conservantes, en el sirope. Sin embargo, debido a que el sirope está concentrado, a menudo no es posible introducir compuestos que tengan una solubilidad limitada sin precipitación.

35 El ácido sórbico se usa ampliamente como conservante en alimentos y bebidas. Un problema común del uso de ácido sórbico en bebidas es su baja solubilidad. La solubilidad del ácido sórbico en sirope con alto contenido de ácido es baja, por ejemplo, un 0,08 % en sirope de un 60 % brix. Típicamente, el nivel de ácido sórbico en sirope está en el intervalo de un 0,08 %-0,2 % dependiendo del nivel de azúcar. La solubilidad del ácido sórbico es dependiente de la temperatura. La solubilidad disminuye a medida que la temperatura disminuye. Debido a su baja solubilidad, el ácido sórbico es inestable en sirope, lo que da como resultado su precipitación.

40 Las patentes de EE. UU. 8.697.163, 8.691.309, 8.563.062, y 8.414.942 y US 2012/0219679 abordan diferentes métodos para estabilizar y reducir la precipitación del ácido sórbico en sirope y bebidas. Las dispersiones acuosas de ácido sórbico son, en general, estables en sirope normal durante 24-72 horas. El documento US2014/212564 describe un proceso de combinación de una solución acuosa de sal de sorbato con una solución acuosa de estabilizante en condiciones de mezcla de alto cizallamiento, a continuación, de ajuste del pH de la mezcla resultante a entre 2,8 y 3,5 para formar una microdispersión estable de sorbato con una viscosidad especificada. Sin secado hasta obtener un polvo. El documento US 6 512 142 divulga una solución de sorbato secada, sin un vehículo. Los documentos US 5 792 502, US 2009/074926 y CN 101 243 895 divulgan bebidas secadas que contienen sorbato.

45 Sin embargo, las dispersiones acuosas de ácido sórbico tienen una estabilidad limitada y, por lo tanto, en general, no se utilizan en siropes de dispensador que requieren una estabilidad de 6 meses. Además, el proceso de formación de la dispersión acuosa requiere una mezcla de alto cizallamiento y/u homogeneización. Sin embargo, debido a la escasa solubilidad, la dispersión acuosa resultante tiene una baja concentración de ácido sórbico. Por lo tanto, es deseable desarrollar un proceso que incluya una etapa simple para estabilizar ácido sórbico en sirope normal y sirope de dispensador.

**Breve resumen de la invención**

La invención se define por las reivindicaciones. Los aspectos de la invención se dirigen a un método para estabilizar ácido sórbico en sirope para bebida, incluyendo sirope de dispensador.

En un aspecto, el ácido sórbico se estabiliza con un vehículo usando tecnología de dispersión sólida.

En otro aspecto, el ácido sórbico se seca por pulverización para formar pequeñas partículas que comprendan ácido sórbico y un vehículo.

En otro aspecto, se añade el ácido sórbico/vehículo al sirope para bebida.

**Descripción detallada de la invención**

Como se usa en el presente documento, "sirope" o "sirope para bebida" es un precursor de bebidas al que se añade un líquido, típicamente agua, para formar una bebida lista para beber, o una "bebida". Típicamente, la proporción volumétrica de sirope con respecto a agua es de entre 1:3 a 1:8, más típicamente de entre 1:4 y 1:5. La proporción volumétrica de sirope con respecto a agua también se expresa como una "combinación". Una proporción de 1:5, que es una proporción usada comúnmente en la industria de bebidas, se conoce como una "combinación 1+5".

Como se usa en el presente documento, "bebida" se refiere a bebidas tales como refrescos, bebidas de dispensador, bebidas listas para beber congeladas, bebidas de café, bebidas de té, bebidas isotónicas y productos alcohólicos. La bebida puede ser con gas o sin gas. Además, en determinados modos de realización de la invención, "bebida" también se refiere a zumo, producto lácteo y otras bebidas no transparentes. Las bebidas de acuerdo con los modos de realización de la invención pueden ser transparentes o no transparentes. Las bebidas de dispensador se refieren a bebidas preparadas combinando sirope saborizado o concentrado de sirope y agua con gas cuando se dispensa la bebida para su consumo inmediato.

"Transparente" se refiere a la transparencia óptica, es decir, una bebida transparente puede ser tan transparente como el agua. En un modo de realización preferente de la presente invención, el concentrado de bebida y/o la bebida terminada son transparentes, como se evidencia por una lectura por un turbidímetro de HACH (modelo 2100AN, Hach Company, Loveland, Colo.). Las lecturas de hasta 3 NTU (unidades nefelométricas de turbidez) se consideran muy transparentes, y los valores de hasta 5 NTU se pueden considerar transparentes. Cuando dicha lectura es tan alta como de alrededor de 6 a 10 NTU, una muestra no es transparente, sino más bien muy ligeramente turbia o ligeramente turbia. A las 15 NTU, una bebida es turbia. Por tanto, se dice que una bebida que tiene una turbidez no mayor de 5 NTU es una bebida transparente, con valores de 6 NTU que son de muy ligeramente turbia a ligeramente turbia a las 10 NTU.

Como se usa en el presente documento, sirope para bebida "estable" se refiere al sirope en el que no se produce ninguna separación de fases, es decir, ningún cristal, flóculo, sedimento o precipitación a temperatura ambiente y baja temperatura de 10 °C (< 50 °F) durante un periodo de más de tres días, típicamente de más de una semana, más típicamente de más de cuatro semanas, más típicamente de más de diez semanas y lo más típicamente de más de veinte semanas. Como se usa en el presente documento, una bebida terminada "estable" se refiere a una bebida transparente en la que no se produce ninguna separación de fases, es decir, ningún cristal, flóculo, sedimento o precipitación a temperatura ambiente a 4 °C, 21 °C, 32 °C y 43 °C (40 °F, 70 °F, 90 °F y 110 °F) durante un periodo de cuatro semanas, típicamente de más de diez semanas, más típicamente durante un periodo de más de veinte semanas, y más típicamente de más de seis meses, es decir, dentro del periodo de estabilidad típico de la bebida terminada. Para siropes basados en dispensador, se desean al menos seis meses de estabilidad en almacenamiento.

Una bebida "conservada" no muestra ninguna actividad microbiológica significativa durante el periodo de estabilidad.

Como se usa típicamente en el presente documento, "agua" es agua, típicamente acondicionada y tratada, de una calidad adecuada para la fabricación de bebidas. La dureza en exceso puede inducir la precipitación del ácido sórbico. Con la orientación proporcionada en el presente documento, el profesional experto podrá proporcionar agua de calidad suficiente.

"Líquido" significa agua y zumo, producto lácteo u otros productos de bebida líquidos que forman parte de las bebidas. Por ejemplo, se pueden añadir componentes de productos lácteos en una cantidad que no proporcione una dureza suficiente como para inducir la precipitación del ácido sórbico. Con la orientación proporcionada en el presente documento, el profesional experto puede determinar si la adición de un producto lácteo, zumo u otro producto de bebida líquido es adecuada para su uso en modos de realización de la invención.

Por motivos de brevedad, la invención se describirá según se refiere al agua como el líquido. Sin embargo, la descripción en el presente documento también se refiere a líquido, como se define en el presente documento. Con la orientación proporcionada en el presente documento, el profesional experto podrá proporcionar líquidos adecuados para su uso en la formación del sirope.

Las bebidas y siropes preparados de acuerdo con modos de realización de la invención típicamente comprenden agua, conservante (incluyendo ácido sórbico), edulcorante, compuestos a pH neutro, ácidos y compuestos ácidos, y sabores y compuestos con sabor. Estos compuestos típicamente incluyen modificadores del sabor, nutrientes, colorantes y otros compuestos, tales como emulsiones, tensioactivos, tampones y compuestos antiespumantes, típicamente encontrados en las bebidas.

El ácido sórbico y los sorbatos actúan como conservantes. Sin embargo, a los niveles de pH típicamente encontrados en siropes, y a una concentración típica de ácido sórbico y/o sorbato en sirope suficiente como para proporcionar una actividad conservante útil comercialmente en bebidas preparadas a partir de los mismos, es probable que el ácido sórbico precipite a menos que se tomen medidas para evitar la precipitación. La precipitación del ácido sórbico es, en particular, un problema para los siropes de dispensador que requieren un almacenamiento a largo plazo.

Se descubrió que se puede evitar la precipitación del ácido sórbico en sirope durante la fabricación del sirope y la bebida dispersando sorbato o partículas de sorbato/ácido sórbico en una matriz de vehículo sólido hidrófilo inerte usando un proceso de secado por pulverización (dispersión sólida). A continuación, las partículas resultantes se pueden añadir a composiciones de sirope o bebida.

Se prepara una dispersión sólida de sorbato disolviendo en primer lugar un sorbato en agua. La temperatura del agua puede ser de 20 a 99 °C, más típicamente de 20 a 40 °C o de 20 a 30 °C, pero lo más típicamente de alrededor de la temperatura ambiente o de 20 a 25 °C. La cantidad de sorbato disuelto, en general, es para lograr una concentración en el intervalo de un 1-60 % (p/p), lo más típicamente de un 10-20 % (p/p).

El sorbato puede ser cualquier sorbato adecuado, tal como sorbato de potasio o sorbato de sodio. En aspectos particulares, se utiliza sorbato de potasio.

A continuación, se añade al menos un vehículo estabilizante a la solución y la solución se mezcla a 20-99 °C, en general, durante al menos 10 minutos, típicamente de 20 a 30 minutos, por ejemplo, 30 minutos. El pH puede ajustarse o no ajustarse para mantener un pH de 4 a 10 dependiendo del tipo de vehículo que se use. La solución comprenderá sorbato o una mezcla de sorbato y ácido sórbico dependiendo del pH. Por tanto, ajustar el pH puede afectar a la proporción de sorbato con respecto a ácido sórbico. Un pH bajo favorece mayores cantidades de ácido sórbico, mientras que un pH más alto favorece la presencia de bajo contenido de ácido sórbico o ninguno.

El pH se puede ajustar por adición de un ácido o base adecuada, tal como, pero sin limitarse a, ácido fosfórico, ácido cítrico o hidróxido de sodio.

Los potenciales vehículos estabilizantes son sales hidrófilas oxigenadas de ácidos orgánicos e inorgánicos y glucósidos de esteviol, tales como dihidrogenofosfato de potasio ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ), citratos, tales como citrato de potasio, tartratos, tales como tartrato de sodio y hexametáfosfato de sodio (SHMP); polisacáridos, incluyendo maltodextrina, goma arábiga, pectina, carragenina, goma ghatti, almidón, alginato, celulosa, almidón modificado, carboximetilcelulosa (CMC); glucósidos de esteviol, incluyendo rebaudiósido A, rebaudiósido D o una combinación de los mismos. El vehículo preferentemente no está tratado previamente, sino que, en su lugar, se usa como está.

La proporción del vehículo estabilizante con respecto a sorbato varía desde 0,1:10 a 10:0,1, 0,5:5 a 5:0,5, 0,5:2 a 2:0,5. Más típicamente, el intervalo será de 1 a 1.

A continuación, la solución de sorbato-vehículo se seca por pulverización para proporcionar una dispersión sólida de sorbato en polvo fino. El secado por pulverización se puede lograr con una temperatura de secado de 200 °C y un caudal de 10 ml/min. El tamaño de partícula del polvo puede ser de 1 a 500 micrómetros, preferentemente de 10 a 300 micrómetros. La dispersión sólida de sorbato en polvo típicamente contiene de un 20 a un 80 % en peso o de un 30 a un 70 % en peso, o de un 35 a un 65 % en peso de sorbato en base al peso total del polvo. El sorbato en polvo es estable en almacenamiento.

En las bebidas y siropes de la técnica anterior, la concentración de ácido sórbico en una bebida típicamente es menor de 500 ppm y la concentración de ácido sórbico en sirope típicamente es menor de 1300 ppm. En solución acuosa a un pH de entre 2,5 y 4 a aproximadamente 20 °C, que son condiciones de fabricación típicas para bebidas y siropes, la precipitación del ácido sórbico comienza a una concentración de sorbato de aproximadamente 500 ppm, a menos que se tomen medidas para impedir la precipitación, y a 1300 ppm su tendencia a precipitar es clara.

- Por el contrario, la dispersión sólida de sorbato en polvo de acuerdo con aspectos de la invención se puede añadir al agua en una cantidad de hasta 2300 ppm dependiendo de si se pretende que la solución sea un sirope (concentrado). La dispersión sólida de sorbato en polvo se disuelve en agua rápidamente con agitación mínima.
- 5 En aspectos de la invención, las concentraciones para el sirope de dispensador son de 1000 a 2300 ppm, más típicamente de 1000 a 1500 ppm. La dispersión es estable a de 1000 a 2300 ppm (p/v) de sorbato en diversos siropes de dispensador, tales como tés, limonadas, ponches de frutas y bebidas con gas, tales como refrescos de cola y siropes saborizados con cítricos.
- 10 Los siropes de dispensador preparados con la dispersión sólida de sorbato en polvo no experimentan una perturbación del ácido sórbico (precipitación) durante al menos un mes a 4 °C (40 °F). Sin embargo, los siropes de dispensador preparados con sorbato no tratado han experimentado una perturbación en las mismas condiciones y el mismo nivel dentro de 7-20 días.
- 15 Sin desear vincularse a ninguna teoría, la solubilidad y estabilidad potenciadas logradas por la dispersión sólida de sorbato en polvo se pueden atribuir a la formación de un complejo entre sorbato/ácido sórbico y el vehículo estabilizante a través de enlaces no covalentes, tal como enlaces de hidrógeno. En los siropes de dispensador, el vehículo estabilizante asociado con el sorbato/ácido sórbico puede prevenir que el ácido sórbico se cristalice, lo que da como resultado una estabilidad física incrementada.
- 20 La solubilidad relativa del ácido sórbico en dispersión sólida se determinó por un espectrómetro UV-Vis. El sorbato de potasio se disolvió en primer lugar en agua a una concentración al 0,25-0,5 % (p/p) a temperatura ambiente. La solución de sorbato se acidificó añadiendo ácido cítrico a pH 2,5-3,0, lo que dio como resultado la precipitación del ácido sórbico. El ácido sórbico precipitado se retiró por centrifugación y la solución saturada se almacenó a 4 °C (40 °F). La concentración relativa de ácido sórbico se midió por UV-vis a  $\lambda_{\text{máx}} = 263 \text{ nm}$ . Los resultados mostraron que la intensidad de absorción del ácido sórbico con vehículo en dispersión sólida es mayor que la del control de sorbato sin vehículo (tabla 2). De acuerdo con la ley de Lambert-Beer, la concentración de ácido sórbico es proporcional a la intensidad de absorción ( $Ab_{S(\text{intensidad})} = K [\text{ácido sórbico}]$ ). Por lo tanto, cuanto mayor sea la intensidad de absorción, mayor solubilidad tendrá el ácido sórbico.
- 25 El tipo de vehículo afecta a la solubilidad y estabilidad del ácido sórbico en sirope y bebida. El sorbato con hexametáfosfato de sodio (SHMP), en particular, como vehículo, presenta una alta estabilidad en solución tampón a pH bajo. La dispersión sólida de sorbato/SHMP es estable en una solución tampón a pH 2,5-3,0. No se observa ninguna cristalización después de la solución de sorbato acidificada a temperatura ambiente o después de la solución saturada almacenada a 4 °C (40 °F) durante 14 días en comparación con otros vehículos. El incremento de la estabilidad se puede atribuir a su tamaño de partícula más pequeño y mayor potencial electrocinético negativo. Puesto que el ácido fosfórico es un ácido fuerte con pKa bajo, las partículas de ácido fosfórico absorbidas por el ácido sórbico en solución acuosa tienen altas cargas negativas incluso a pH bajo. Es decir, el potencial electrocinético y el tamaño de partícula parecen desempeñar papeles importantes en la estabilización del ácido sórbico en sirope. Cuanto mayor sea el potencial electrocinético negativo, mayor estabilidad tendrá el ácido sórbico/SHMP. De acuerdo con la teoría de la estabilidad coloidal de DLVO, la estabilidad de las partículas en solución es dependiente de sus energías potenciales totales (atracción de Van Der Waals, repulsión electrostática y repulsión estérica). Entre las energías potenciales totales, la repulsión electrostática, que es altamente dependiente del potencial electrocinético, domina la estabilidad de las partículas.
- 30 Por lo tanto, las partículas de ácido sórbico/SHMP que tienen alta carga superficial negativa se estabilizan por repulsión electrostática en sirope y bebida.
- 35 Por lo tanto, la adición de sorbato de acuerdo con aspectos de la invención se contempla en un amplio intervalo de concentraciones de ácido sórbico, mientras que se impide esencialmente la precipitación del ácido sórbico.
- 40 Como reconoce el profesional experto, otros compuestos en la bebida o sirope también pueden afectar de forma adversa a la solubilidad del ácido sórbico. Por ejemplo, la dureza reduce la solubilidad del ácido sórbico. La concentración de ácido sórbico requerida para lograr condiciones de conservación comerciales también se refiere a otras condiciones del sirope o bebida. Por ejemplo, la carbonación disminuirá la concentración de ácido sórbico requerida para lograr un resultado de conservación dado. En contraposición, la reducción del pH reduce la concentración de ácido sórbico requerida para lograr un resultado de conservación dado. Con la orientación proporcionada en el presente documento, el profesional experto podrá establecer una concentración de ácido sórbico que conserve adecuadamente un sirope o bebida.
- 45 De acuerdo con aspectos de la invención, el sirope y las bebidas incluyen ácido sórbico como conservante. Otros conservantes son conocidos por el profesional experto y se pueden incluir con el ácido sórbico. Otros conservantes incluyen, por ejemplo, quelantes, tales como los EDTA, incluyendo EDTA de disodio, EDTA de calcio y disodio y hexametáfosfato de sodio (SHMP) y antimicrobianos, tales como benzoatos, en particular, los benzoatos de metales alcalinos; arginato láurico; sales de ácido cinámico; y antioxidantes, incluyendo tocoferoles, BHA y BHT. De acuerdo con modos de realización de la invención, otros conservantes se usan con
- 50
- 55
- 60
- 65

moderación, y lo más típicamente no se usan en absoluto. Con la orientación proporcionada en el presente documento, el profesional experto podrá seleccionar conservantes apropiados.

5 Los edulcorantes de los modos de realización de bebidas y siropes de la invención incluyen edulcorantes de carbohidratos calóricos, edulcorantes de alta intensidad naturales, edulcorantes de alta intensidad sintéticos, otros edulcorantes y combinaciones de los mismos. Con la orientación proporcionada en el presente documento, se puede seleccionar un sistema edulcorante adecuado (ya sea un compuesto individual o una combinación de los mismos).

10 Los ejemplos de edulcorantes de carbohidratos calóricos adecuados incluyen sacarosa, fructosa, glucosa, eritritol, maltitol, lactitol, sorbitol, manitol, xilitol, D-tagatosa, trehalosa, galactosa, ramnosa, ciclodextrina (por ejemplo,  $\alpha$ -ciclodextrina,  $\beta$ -ciclodextrina y  $\gamma$ -ciclodextrina), ribulosa, treosa, arabinosa, xilosa, lixosa, alosa, altrosa, manosa, idosa, lactosa, maltosa, azúcar invertido, isotrehalosa, neotrehalosa, palatinosa o isomaltulosa, eritrosa, desoxirribosa, gulosa, idosa, talosa, eritrolulosa, xilulosa, psicosa, turanosa, celobiosa, glucosamina, 15 manosamina, fucosa, ácido glucurónico, ácido glucónico, gluconolactona, abecucosa, galactosamina, xilooligosacáridos (xilotriosa, xilobiosa y similares), gentiooligosacáridos (gentiobiosa, gentiotriosa, gentiotetraosa y similares), galactooligosacáridos, sorbosa, nigerooligosacáridos, fructooligosacáridos (cestosa, nistose y similares), maltotetraol, maltotriol, maltooligosacáridos (maltotriosa, maltotetraosa, maltopentaosa, maltohexaosa, maltoheptaosa y similares), lactulosa, melibiosa, rafinosa, ramnosa, ribosa, azúcares líquidos 20 isomerizados, tales como jarabe de maíz con alto contenido de fructosa (por ejemplo, HFCS55, HFCS42 o HFCS90), azúcares de acoplamiento, oligosacáridos de soja y jarabe de glucosa.

Otros edulcorantes adecuados para su uso en los modos de realización proporcionados en el presente documento incluyen edulcorantes de alta intensidad naturales, sintéticos y otros. Como se usa en el presente 25 documento, las frases "edulcorante de alta intensidad natural", "NHPS", "composición de NHPS" y "composición de edulcorante de alta intensidad natural" son sinónimas. "NHPS" significa cualquier edulcorante encontrado en la naturaleza que pueda estar en forma cruda, extraída, purificada, tratada enzimáticamente o cualquier otra, individualmente o en combinación de los mismos y de forma característica tiene un poder endulzante mayor que la sacarosa, fructosa o glucosa, pero tiene menos calorías. Los ejemplos no limitantes de NHPS adecuados para 30 los modos de realización de la presente invención incluyen rebaudiósido A, rebaudiósido B, rebaudiósido C (dulcósido B), rebaudiósido D, rebaudiósido E, rebaudiósido F, dulcósido A, rubusósido, estevia, esteviósido, mogróside IV, mogróside V, edulcorante Luo Han Guo, siamenósido, monatina y sus sales (monatina SS, RR, RS, SR), curculina, ácido glicirrícico y sus sales, taumatina, monelina, mabinlina, brazeína, hernandulcina, filodulcina, glicifilina, floridzina, trilobtaina, baiyunósido, osladina, polipódosido A, pterocariósido A, pterocariósido 35 B, mucurociósido, filomisósido I, periandrina I, abrusósido A y ciclocariósido I.

NHPS también incluye NHPS modificados. Los NHPS modificados incluyen NHPS que se han alterado naturalmente. Por ejemplo, un NHPS modificado incluye, pero no se limita a, NHPS que se han fermentado, 40 puesto en contacto con enzimas o derivatizado o sustituido en el NHPS. En un modo de realización, se puede usar al menos un NHPS modificado en combinación con al menos un NHPS. En otro modo de realización, se puede usar al menos un NHPS modificado sin un NHPS. Por tanto, se pueden sustituir NHPS modificados con un NHPS o se pueden usar en combinación con NHPS para cualquiera de los modos de realización descritos en el presente documento. Sin embargo, por motivos de brevedad, en la descripción de los modos de realización de la presente invención, no se describe expresamente un NHPS modificado como una alternativa a un NHPS no 45 modificado, pero se debe entender que se pueden sustituir NHPS modificados con NHPS en cualquier modo de realización divulgado en el presente documento.

Como se usa en el presente documento, la frase "edulcorante sintético" se refiere a cualquier composición que no se encuentra en la naturaleza y es un edulcorante de alta intensidad. Los ejemplos no limitantes de 50 edulcorantes sintéticos, que también son conocidos como "edulcorantes artificiales", adecuados para los modos de realización de la presente invención incluyen sucralosa, acesulfamo potásico (acesulfamo K o aceK) u otras sales, aspartamo, alitamo, sacarina, neoesperidina dihidrocalcona, ciclamato, neotamo, éster 1-metilico de N-[3-(3-hidroxi-4-metoxifenil)propil]-L- $\alpha$ -aspartil]-L-fenilalanina, éster 1-metilico de N-[3-(3-hidroxi-4-metoxifenil)-3-metilbutil]-L- $\alpha$ -aspartil]-L-fenilalanina, éster 1-metilico de N-[3-(3-metoxi-4-hidroxifenil)propil]-L- $\alpha$ -aspartil]-L-fenilalanina y sales de los mismos. 55

Los ácidos usados adecuadamente en los modos de realización de la invención incluyen ácidos de calidad alimentaria típicamente usados en bebidas y siropes para bebida. Los tampones incluyen sales de ácidos de 60 calidad alimentaria que forman tampones de pH, es decir, proporcionan una combinación de compuestos que tiende a mantener el pH a un nivel seleccionado. Los ácidos alimentarios para su uso en modos de realización particulares incluyen, pero no se limitan a, ácido fosfórico, ácido cítrico, ácido ascórbico, ácido adípico, ácido fumárico, ácido láctico, ácido málico, ácido tartárico, ácido acético, ácido oxálico, ácido tánico, ácido cafeotánico y combinaciones de los mismos.

65 Los sabores usados de forma rutinaria en bebidas y siropes se usan adecuadamente en bebidas y siropes que son modos de realización de la invención. El profesional experto reconoce que algunos sabores generarán

turbidez o añadirán una apariencia turbia a una bebida. Por lo tanto, dicho sabor, que a menudo puede ser una emulsión, no se usaría adecuadamente en una bebida transparente. Los sabores adecuados incluyen sabores típicamente usados en bebidas y sirope que no sean incompatibles con el tipo de bebida. Es decir, una bebida transparente típicamente no se saborizaría con un sabor que enturbiara la bebida, introdujera turbidez o de otro modo hiciera que la bebida fuera menos atractiva para el consumidor. Sin embargo, sujetos a esta condición conocida por el profesional experto, se usan adecuadamente sabores conocidos, según sea apropiado.

Cualquier sabor, compuesto con sabor o sistema con sabor consecuente con el tipo de bebida se usa adecuadamente en modos de realización de la invención. Además, el sabor puede ser en cualquier forma, tal como polvo, emulsión, microemulsión y similares. Algunas de estas formas pueden inducir turbiedad en una bebida y, de este modo, no se usarían en una bebida transparente. Los sabores típicos incluyen almendra, amaretto, manzana, manzana agria, albaricoque, nectarina, plátano, cereza negra, cereza, frambuesa, frambuesa negra, arándano, chocolate, canela, coco, café, refresco de cola, arándano rojo, crema, crema irlandesa, ponche de frutas, jengibre, Grand Marnier, uva, pomelo, guayaba, granadina, granada, avellana, kiwi, limón, lima, lima limón, clementina, mandarina, mango, moca, naranja, papaya, fruta de la pasión, melocotón, pera, menta, hierbabuena, piña colada, piña, cerveza de raíz, cerveza de abedul, grosella, fresa, zarzamora, té, tónica, sandía, melón, cereza silvestre y vainilla. Los sabores ejemplares son lima limón, refresco de cola, café, té, sabores de frutas de todos los tipos y combinaciones de los mismos.

También pueden estar presentes tensioactivos distintos de polisorbato en el sirope o se puede añadir una bebida como ingrediente del sirope. El profesional experto reconoce que el tensioactivo también se puede introducir en el sirope o bebida como parte de un ingrediente componente. Los tensioactivos típicamente adecuados para su uso en modos de realización de la presente invención incluyen, pero no se limitan a, dodecibencenosulfonato de sodio, dioctil-sulfosuccinato o dioctilsulfosuccinato de sodio, dodecilsulfato de sodio, cloruro de cetilpiridinio (cloruro de hexadecilpiridinio), bromuro de hexadeciltrimetilamonio, colato de sodio, carbamoilo, cloruro de colina, glicocolato de sodio, taurodesoxicolato de sodio, arginato láurico, estearoillactilato de sodio, taurocolato de sodio, lecitinas, ésteres de oleato de sacarosa, ésteres de estearato de sacarosa, ésteres de palmitato de sacarosa, ésteres de laurato de sacarosa y otros tensioactivos.

El profesional experto reconoce que los ingredientes se pueden añadir individualmente o en combinación. Además, se pueden preparar y usar soluciones de ingredientes secos para añadir convenientemente ingredientes a la gran cantidad de agua.

El profesional experto reconoce que, si se usa una temperatura mayor que la temperatura ambiente durante la fabricación del sirope, la temperatura del sirope se puede reducir después de que se complete el producto, o, típicamente, después de la acidificación y antes de que se añadan los materiales volátiles. Típicamente, el sirope para bebida se prepara añadiendo ingredientes a una gran cantidad de agua. El agua típicamente está a una temperatura de al menos 10 °C (50 °F) y típicamente menor de 93 °C (200 °F), comúnmente de entre 10 °C (50 °F) y 71 °C (160 °F) y típicamente de entre 10 °C (50 °F) y 54 °C (130 °F).

Los ingredientes típicamente se añaden a la gran cantidad de agua en un orden que minimice las potenciales interacciones adversas entre los ingredientes o el potencial efecto adverso sobre un ingrediente. Por ejemplo, se pueden añadir nutrientes que son sensibles a la temperatura durante una porción de temperatura relativamente baja hacia el final del proceso de fabricación. De forma similar, a menudo se añaden sabores y compuestos con sabor justo antes de que se complete el sirope para minimizar la potencial pérdida de componentes volátiles y minimizar la pérdida de sabor en cualquier forma. A menudo, la acidificación es una de las últimas etapas, típicamente llevada a cabo antes de que se añadan materiales con sabor y volátiles sensibles a la temperatura. Por tanto, típicamente se añaden sabores o componentes con sabor u otros materiales volátiles y nutrientes en un momento apropiado y a una temperatura apropiada. Con la orientación proporcionada en el presente documento, el profesional experto puede identificar un momento apropiado para introducir un sabor y otros materiales volátiles.

Cualquiera de estos u otros órdenes de adición de ingredientes se usan adecuadamente, ya que se puede determinar el orden en el que se añaden los ingredientes por el profesional experto con la orientación proporcionada en el presente documento.

El sirope resultante se envasa y se puede almacenar. El sirope se puede usar esencialmente de inmediato para fabricar bebidas, que típicamente se envasan para su distribución. También se puede distribuir sirope a los embotelladores, que envasan bebidas preparadas por adición de agua y quizás otros materiales como los de carbonación. Típicamente, la combinación es de 1+5.

Un aspecto particular de la presente invención es el uso de la dispersión de sorbato en polvo en bebidas de dispensador. El sirope típicamente se vende a quienes mezclan el sirope con agua de combinación y quizás otros ingredientes, tales como los de carbonación, para su consumo inmediato.

Otros modos de realización de la invención se dirigen a la fabricación de bebidas listas para beber conservadas estables. Dichas bebidas se preparan mezclando una alcuota de sirope con una cantidad apropiada de agua de dilución. Típicamente, se usa la proporción de 1 volumen de sirope con 5 volúmenes de agua u otro líquido, también conocida como "combinación 1+5".

5 Los modos de realización de siropes de la invención son siropes para bebida estables conservados con ácido sórbico que tienen un periodo de estabilidad de al menos tres días, o de al menos aproximadamente una semana a temperatura ambiente. Más típicamente, los modos de realización de siropes de la invención tienen un periodo de estabilidad de al menos cuatro semanas, o de al menos siete semanas, o de al menos veinte semanas, e incluso más típicamente de al menos seis meses.

10 Los modos de realización de bebidas de la invención son bebidas estables conservadas con ácido sórbico que tienen un periodo de estabilidad de al menos cuatro semanas, o de al menos diez semanas a una temperatura de entre 4 °C (40 °F) y 43 °C (110 °F). Más típicamente, los modos de realización de bebidas de la invención tienen un periodo de estabilidad de al menos cuatro semanas, o de al menos seis semanas, o de al menos veinte semanas, e incluso más típicamente de al menos seis meses.

Los siguientes ejemplos ilustran, pero no limitan, la invención.

#### 20 **Ejemplo 1**

A un vaso de precipitados de 1000 ml, se añadieron 15 g de sorbato de potasio y 500 g de agua. Después de mezclar durante 15 minutos a temperatura ambiente, el sorbato de potasio se disolvió completamente en el agua. El pH de la solución de sorbato se ajustó de 9,2 a 6,0 añadiendo lentamente ácido fosfórico (50 %). A 25 continuación, se añadieron 43 g (35 %) de solución de goma arábica. La mezcla se mezcló durante 20 minutos. Posteriormente, la solución de sorbato/goma arábica se sometió a secado por pulverización, lo que dio como resultado un polvo que contenía sorbato de potasio al 50 %. El rendimiento de la recuperación de material es de un 85 %.

#### 30 **Ejemplo 2**

A un vaso de precipitados de 500 ml, se añadieron 25 g de sorbato de potasio y 300 g de agua. Después de mezclar durante 15 minutos a temperatura ambiente, el sorbato de potasio se disolvió completamente en agua con pH 8,85. A continuación, se añadieron 25 g de maltodextrina (DE13-18 %) en polvo. La mezcla se mezcló 35 durante 20 minutos. El pH de la solución descendió de 8,85 a 8,3. Posteriormente, la solución de sorbato/maltodextrina se sometió a secado por pulverización, lo que dio como resultado un polvo que contenía sorbato de potasio al 50 %. El rendimiento de la recuperación de material es de un 86 %.

#### 40 **Ejemplo 3**

A un vaso de precipitados de 500 ml, se añadieron 30 g de sorbato de potasio y 360 g de agua. Después de mezclar durante 15 minutos a temperatura ambiente, el sorbato de potasio se disolvió completamente en agua con pH 9,12. A continuación, se añadieron 30 g de citrato de potasio en polvo. La mezcla se mezcló durante 45 20 minutos. El pH de la solución se ajustó de 9,2 a 8,45. Posteriormente, la solución de sorbato/citrato se sometió a secado por pulverización, lo que dio como resultado un polvo que contenía sorbato de potasio al 50 %. El rendimiento de la recuperación de material es de un 80 %.

#### **Ejemplo 4**

50 A un vaso de precipitados de 500 ml, se añadieron 15 g de monofosfato de potasio y 200 g de agua. Después de mezclar durante 15 minutos a temperatura ambiente, el monofosfato de potasio se disolvió completamente en agua con pH 4,3. El pH de la solución de monofosfato de potasio se ajustó de 4,3 a 6,9 añadiendo lentamente 23,22 g de hidróxido de sodio (3 M). A continuación, se añadieron 15 g de sorbato de potasio. La mezcla se 55 mezcló durante 20 minutos con pH 6,93. Posteriormente, la solución de sorbato/monofosfato de potasio se sometió a secado por pulverización, lo que dio como resultado un polvo que contenía sorbato de potasio al 43,38 %. El rendimiento de la recuperación de material es de un 87 %.

#### **Ejemplo 5**

60 A un vaso de precipitados de 500 ml, se añadieron 20 g de monofosfato de potasio y 200 g de agua. Después de mezclar durante 15 minutos a temperatura ambiente, el monofosfato de potasio se disolvió completamente en agua con pH 4,38. El pH de la solución de monofosfato de potasio se ajustó de 4,48 a 6,76 añadiendo lentamente 20,47 g de hidróxido de sodio (3 M). A continuación, se añadieron 20 g de sorbato de potasio. La 65 mezcla se mezcló durante 20 minutos con pH 6,76. Posteriormente, la solución de sorbato/monofosfato de potasio se sometió a secado por pulverización, lo que dio como resultado un polvo que contenía sorbato de potasio al 37 %. El rendimiento de la recuperación de material es de un 85 %.

**Ejemplo 6**

A un vaso de precipitados de 500 ml, se añadieron 20 g de sorbato de potasio y 360 g de agua. Después de mezclar durante 15 minutos a temperatura ambiente, el sorbato de potasio se disolvió completamente en agua con pH 8,92. La solución de sorbato se calentó a 45 °C. El pH se ajustó a 7,02 añadiendo 0,45 g de ácido fosfórico (25 %). A continuación, se añadieron 30 g de maltodextrina (DE13-18 %) en polvo. La mezcla se mezcló durante 20 minutos. Posteriormente, la solución de sorbato/maltodextrina se sometió a secado por pulverización, lo que dio como resultado un polvo. El rendimiento de la recuperación de material es de un 87 %.

**Ejemplo 7**

A un vaso de precipitados de 500 ml, se añadieron 28,3 g de hexametáfosfato de sodio (SHMP) y 150 g de agua. Después de mezclar durante 15 minutos a temperatura ambiente, el SHMP se disolvió completamente en agua con pH 6,6. El pH de la solución de SHMP se ajustó 6,8 añadiendo hidróxido de sodio (3 M) y, a continuación, se añadieron 5 g de sorbato de potasio. La mezcla se mezcló durante 20 minutos. Posteriormente, la solución de sorbato/SHMP se sometió a secado por pulverización, lo que dio como resultado un polvo. El rendimiento de la recuperación de material es de un 90 %.

Tabla 1: 4 °C (40 °F) y 21 °C (70 °F)

Ejemplo	Sirope de producto	% de azúcar	pH	ppm de sorbato (p/v)	*Estabilidad
3	Pepsi Twist	58	2,60	1175	estable a 70 °F durante al menos 48 h
1, 2, 3, 4, 7	Trop Lemonade	39	2,85	1590	estable a 40 °F durante al menos 2 meses
5, 6, 8	Lipton Green Tea Citrus	36	2,53	1750	estable a 70 °F durante al menos 48 h
5, 6, 8	Lipton Lemon	36	2,63	1758	estable a 70 °F durante al menos 48 h
4, 7	Brisk Sweet Tea	32	2,98	2070	estable a 40 °F durante al menos 2 meses
1	Aquafina Berry	0	2,98	1150	estable a 40 °F durante al menos 4 meses
2, 3, 4, 7	Pepsi Light	0	3,80	1800	estable a 40 °F durante al menos 2 meses
3, 4, 7	Té sin azúcar LC	0	4,00	1950	estable a 40 °F durante al menos 2 meses

Tabla 2: 4 °C (40 °F)

Muestra	Envejecida a 40 °F (día)	Abs. (pH 2,5)	Abs. (pH 3,0)	Estabilidad
Sorbato de potasio	0	1,644	1,716	ningún cristal
	7	1,357	1,24	muchos cristales
sorbato de K al 50 %/goma arábiga al 50 %	0	2,386	2,277	ningún cristal
	7	1,567	1,628	algunos cristales
sorbato de K al 50 %/KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> al 50 %	0	2,863	2,985	ningún cristal
	7	1,705	1,874	algunos cristales
sorbato de K al 50 %/maltodextrina al 50 %	0	1,952	1,962	ningún cristal
	7	1,716	1,548	algunos cristales

**Ejemplo 8**

A un vaso de precipitados de 250 ml, se añadieron 108 g de sorbato de potasio y 110 g de agua. La mezcla se calentó a 45 °C. Después de mezclar durante 15 minutos a 45 °C, el sorbato de potasio se disolvió

## ES 2 773 830 T3

completamente en el agua con pH 10,5. La mezcla se mezcló durante 20 minutos. Posteriormente, la solución de sorbato se sometió a secado por pulverización, lo que dio como resultado un polvo. El rendimiento de la recuperación de material es de un 93 %.

**REIVINDICACIONES**

- 5      **1.** Un método para preparar un sorbato en polvo que comprende disolver una sal de sorbato en agua para formar una solución de sorbato, añadir un vehículo estabilizante a la solución de sorbato para formar una solución de vehículo-sorbato y secar por pulverización la solución de vehículo-sorbato para formar el sorbato en polvo.
- 10     **2.** El método de la reivindicación 1, en el que la sal de sorbato es sorbato de potasio.
- 15     **3.** El método de la reivindicación 1, en el que el vehículo se selecciona de sales hidrófilas oxigenadas de ácidos orgánicos e inorgánicos, polisacáridos, glucósidos de esteviol o combinaciones de los mismos.
- 20     **4.** El método de la reivindicación 1, en el que el vehículo se selecciona de hexametáfosfato de sodio (SHMP), dihidrogenofosfato de potasio, citrato de potasio, tartrato de sodio, maltodextrina, goma arábica, pectina, carragenina, goma ghatti, almidón, alginato, celulosa, almidón modificado, carboximetilcelulosa (CMC), rebaudiósido A, rebaudiósido D y combinaciones de los mismos.
- 25     **5.** El método de la reivindicación 1, en el que el pH de la solución de vehículo-sorbato es de 4 a 11.
- 30     **6.** El método de la reivindicación 5, que comprende además ajustar el pH por adición de un ácido o una base, preferentemente en el que el pH se ajusta por la adición de ácido fosfórico o hidróxido de sodio.
- 35     **7.** El método de la reivindicación 1, en el que la proporción del vehículo estabilizante con respecto a sorbato varía desde 0,1:10 a 10:0,1, desde 0,5:5 a 5:0,5 o es de 1:1.
- 40     **8.** El método de la reivindicación 1, en el que el polvo comprende de un 20 a un 80 % en peso de sorbato en base al peso total del polvo.
- 45     **9.** Un método de preparación de sirope para bebida que comprende:  
combinar agua, sorbato en polvo y al menos un ingrediente seleccionado de edulcorantes y saborizantes para formar un sirope para bebida,  
en el que el sorbato en polvo se prepara disolviendo una sal de sorbato en agua para formar una solución de sorbato, añadiendo un vehículo estabilizante a la solución de sorbato para formar una solución de vehículo-sorbato y secando por pulverización la solución de vehículo-sorbato para formar el sorbato en polvo.
- 50     **10.** El método de la reivindicación 9, en el que la sal de sorbato es sorbato de potasio.
- 55     **11.** El método de la reivindicación 9, en el que el vehículo se selecciona de sales hidrófilas oxigenadas de ácidos orgánicos e inorgánicos, polisacáridos, glucósidos de esteviol o combinaciones de los mismos.
- 60     **12.** El método de la reivindicación 9, en el que el vehículo se selecciona de hexametáfosfato de sodio (SHMP), dihidrogenofosfato de potasio, citrato de potasio, tartrato de sodio, maltodextrina, goma arábica, pectina, carragenina, goma ghatti, almidón, alginato, celulosa, almidón modificado, carboximetilcelulosa (CMC), rebaudiósido A, rebaudiósido D y combinaciones de los mismos.
- 65     **13.** El método de la reivindicación 9, en el que la proporción del vehículo estabilizante con respecto a sorbato varía desde 0,1:10 a 10:0,1 o desde 0,5:5 a 5:0,5.
- 70     **14.** El método de la reivindicación 9, en el que el polvo comprende de un 20 a un 80 % en peso de sorbato en base al peso total del polvo.