



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



① Número de publicación: **2 139 518**

② Número de solicitud: 009701939

⑤ Int. Cl.⁷: A23L 1/236

⑫

PATENTE DE INVENCION

B1

⑫ Fecha de presentación: **16.09.1997**

⑬ Fecha de publicación de la solicitud: **01.02.2000**

Fecha de concesión: **23.08.2000**

⑮ Fecha de anuncio de la concesión: **16.10.2000**

⑮ Fecha de publicación del folleto de patente:
16.10.2000

⑦ Titular/es: **ZOSTER, S.A.**
Raiguero, 143
30588 Zeneta, Murcia, ES

⑦ Inventor/es: **Foguet Ambrós, Rafael;**
Borrego Ríos, Francisco;
Campos Espinosa, Juan y
Montijano Garzón, Helena

⑦ Agente: **Civanto Villar, Alicia**

⑤ Título: **Nuevas composiciones edulcorantes de solubilidad instantánea en agua compuestas de neohesperidina dihidrochalcona con otro u otros edulcorantes de alta intensidad.**

⑤ Resumen:

Nuevas composiciones edulcorantes de solubilidad instantánea en agua compuestas de neohesperidina dihidrochalcona con otro u otros edulcorantes de alta intensidad.

Consiste en nuevas composiciones edulcorantes de solubilidad acuosa mejorada a base de neohesperidina dihidrochalcona y al menos otro edulcorante de alta intensidad, así como el procedimiento para su obtención, su uso como edulcorante y los productos que las contienen.

ES 2 139 518 B1

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el artº 37.3.8 LP.

Venta de fascículos: Oficina Española de Patentes y Marcas. C/Panamá, 1 - 28036 Madrid

DESCRIPCION

Nuevas composiciones edulcorantes de solubilidad instantánea en agua compuestas de neohesperidina dihidrochalcona con otro u otros edulcorantes de alta intensidad.

La presente invención se refiere a nuevas composiciones edulcorantes de solubilidad acuosa mejorada a base de neohesperidina dihidrochalcona y al menos otro edulcorante de alta intensidad, así como el procedimiento para su obtención, su uso como edulcorante y los productos que las contienen. Como edulcorantes de alta intensidad se consideran en la presente memoria la sacarina, el ciclamato, el acesulfamo y sus sales aceptables para el consumo de seres humanos y animales. El uso como edulcorante de las nuevas composiciones se refiere a todo tipo de alimentos, bebidas, preparados farmacéuticos y veterinarios, preparados cosméticos y productos destinados a la alimentación animal. Las nuevas composiciones objeto de la presente solicitud muestran una solubilidad y velocidad de solubilización en agua significativamente superiores a las de la neohesperidina dihidrochalcona sola, hasta el punto que pueden calificarse como de solubilidad instantánea.

La neohesperidina dihidrochalcona es un edulcorante de alta intensidad y modulador de sabores que se puede producir a partir de determinados flavonoides presentes en cítricos (Bär A. et al., *Lebensmittel Wissenschaft und Technologie* (1990) 23, 371-376; Horowitz R. M. y Gentili B. en: *Alternative Sweeteners* (1991), 2ª edición, Nabors L. O. Y Gelardi R. C. (Eds.), pp. 97-116, Marcel Dekker Inc., N. Y.). La obtención de neohesperidina dihidrochalcona se describe en las patentes US 3.087.821, US 3.375.242, JP 48/57.960, GB 1.443.310, JP 50/149.635, JP 50/154.261 y ES 545.276.

El empleo de la neohesperidina dihidrochalcona como edulcorante de alimentos está descrito en la patente US 4.087.588 y en Montijano H. y Borrego F., *Neohesperidine DC* en: *LFRA Ingredients Handbook (Sweeteners)* (1996), Dalzell J. (Ed.), *Leatherhead Food Research Association*, pp. 181-200.

Actualmente, es una práctica común el empleo de combinaciones de edulcorantes para mejorar el perfil de edulcoración, reducir la percepción del sabor amargo u otros fenómenos indeseables. Tales combinaciones de edulcorantes pueden prepararse generalmente mezclando simplemente los componentes individuales. La principal desventaja de las combinaciones de edulcorantes así fabricadas es la posibilidad de disgregación en sus componentes individuales. Es también una propiedad común entre combinaciones binarias de edulcorantes la sinergia. Así, está descrito que la neohesperidina dihidrochalcona presenta efectos sinérgicos importantes con sacarina (patente US 3.653.923) y sucralosa (EP 507.598), así como con otros edulcorantes de alta intensidad, azúcares y polioles (Schiffman S. S. et al., *Brain Research Bulletin* (1995) 38, pp. 105-120).

El uso de la neohesperidina dihidrochalcona a bajas concentraciones como modificador de sabores está descrito en las patentes EP 500.977 y US 5.300.309. Además, la patente WO 96/17.527

se refiere a combinaciones de neohesperidina dihidrochalcona con (a) maltol, (b) etil maltol y (c) maltol y etil maltol con el fin de modificar el sabor de aquélla.

Uno de los requisitos básicos a tener en cuenta para la selección de un edulcorante de alta intensidad es que su solubilidad en agua sea elevada a temperatura ambiente. La solubilidad de la neohesperidina dihidrochalcona en agua es baja, correspondiendo a 0,4-0,5 g/L, teniendo además una baja velocidad de solubilización (Montijano H. y Borrego F. *Neohesperidine DC* en: *LFRA Ingredients Handbook (Sweeteners)* (1996), Dalzell J. (Ed.), *Leatherhead Food Research Association*, pp. 181-200). Esta baja solubilidad y velocidad de solubilización limitan el uso de la neohesperidina dihidrochalcona ya que dificultan ciertos procesos de fabricación de productos edulcorados a base de este compuesto e imposibilitan la preparación de jarabes y concentrados con este edulcorante. En este sentido, se han descrito sales monobásicas de neohesperidina dihidrochalcona con una mayor solubilidad que la dihidrochalcona de partida (patentes US 3.984.394 y US 4.031.260). Sin embargo, estas sales presentan un elevado grado de inestabilidad, incluso en estado sólido, debido a su naturaleza fuertemente alcalina, por lo que la aplicabilidad de estas sales es muy limitada.

Las patentes US 4.254.155 y US 4.304.794 describen combinaciones solubles de neohesperidina dihidrochalcona con compuestos polihidroxilados tales como glicerol, azúcares, goma arábiga, carragenato, carboximetilcelulosa pectina, etc., con propiedades sensoriales también optimizadas respecto al compuesto de partida. La principal desventaja de estas combinaciones es que se introducen sustancias cuya función es ajena al propio proceso de edulcoración de los preparados, ya sean alimenticios, farmacéuticos, veterinarios o de alimentación animal.

Por consiguiente, existe una necesidad de disponer de formas mejoradas de neohesperidina dihidrochalcona que incrementen su solubilidad en agua a temperatura ambiente.

Sorprendentemente, los solicitantes han descubierto que ciertas combinaciones de neohesperidina dihidrochalcona con otros edulcorantes de alta intensidad pueden prepararse de forma que en el producto final las propiedades de solubilidad de la neohesperidina dihidrochalcona estén significativamente mejoradas respecto al producto puro.

Así, la presente invención se refiere a nuevas composiciones edulcorantes con neohesperidina dihidrochalcona y al menos otro edulcorante de alta intensidad, al procedimiento para la preparación de dichas composiciones y a su uso en la edulcoración de productos en los que normalmente se empleen edulcorantes de alta intensidad. La característica principal de las nuevas composiciones es que su solubilidad y velocidad de disolución en agua a temperatura ambiente son notablemente superiores a las que presenta la neohesperidina dihidrochalcona sola, calificándose de composiciones de solubilidad instantánea. Además, estas composiciones presentan la ventaja, respecto a otras descritas an-

teriormente, de que pueden estar constituidas únicamente por edulcorantes de alta intensidad y de que se pueden producir mediante métodos sencillos y universalmente aplicables.

De acuerdo con la presente invención, la baja solubilidad y velocidad de solubilización de la neohesperidina dihidrochalcona en agua pueden ser substancialmente compensadas con el empleo de las composiciones de la presente invención. De esta manera, la solubilidad de la neohesperidina dihidrochalcona en agua puede aumentar hasta unas 165 veces, dependiendo de la combinación específica, lo cual facilita así su manejo en los procesos industriales.

La presente invención se refiere también a un procedimiento de obtención de dichas composiciones edulcorantes mediante la disolución de la neohesperidina dihidrochalcona (a) en una disolución acuosa concentrada de otro edulcorante de alta intensidad (b), y posterior cosecado de la combinación, para formar un polvo homogéneo que es más soluble en agua que los componentes por separado.

El edulcorante de alta intensidad mencionado incluye, pero no se limita, a la sacarina, el ciclamato, el acesulfamo y sus sales aceptables para el consumo de seres humanos y animales. Los términos sacarina y ciclamato usados en esta memoria comprenden específicamente la sacarina y el ciclamato tanto en forma ácida como en forma de sus sales amónica, alcalinas, tales como la sal sódica o potásica, o alcalinotérricas, tales como la sal cálcica o magnésica. En cuanto al acesulfamo, se prefiere la sal potásica.

Este método de obtención puede variarse empleando otros disolventes adecuados, como por ejemplo alcoholes, e incluso manteniendo el componente (b) de la composición en suspensión en una disolución de (a). Asimismo, el medio líquido, en el cual se encuentran disueltos los componentes (a) y (b), puede usarse directamente, por ejemplo, en un proceso que permita una asociación íntima de los componentes, como el "spray-drying". Un experto en la técnica puede determinar fácilmente bajo qué condiciones puede llevarse a cabo un proceso de "spray-drying".

Los componentes (a) y (b) de la composición edulcorante de la presente invención pueden combinarse en cualquier proporción. Sin embargo, la razón en peso preferida del edulcorante neohesperidina dihidrochalcona a otro edulcorante de alta intensidad está en el rango comprendido entre 1:999 y 1:4,5 ó preferentemente entre 1:99 y 1:7. Además, en la presente memoria se proporciona un procedimiento para el uso del preparado fabricado de acuerdo con el procedimiento descrito.

Los autores han descubierto que la solubilidad y la velocidad de solubilización de la neohesperidina dihidrochalcona en tales composiciones edulcorantes aumenta notablemente, resultando la solubilidad de la neohesperidina dihidrochalcona mayor de la que se podría esperar a partir de sus propiedades de solubilidad intrínseca o a partir de preparados obtenidos por simple mezcla física de sus componentes. Este efecto es sorprendente y específico, no observándose en asociaciones fabricadas mediante el método descrito con

otros edulcorantes.

Las composiciones edulcorantes obtenidas de acuerdo con el procedimiento descrito en la presente solicitud tienen la ventaja adicional, comparada con el uso de mezclas de los componentes individuales, de que no se disgregan en sus componentes.

Las composiciones edulcorantes de la presente invención pueden emplearse en una gran variedad de productos. Así, pueden usarse en cualquier producto en el que se usen normalmente edulcorantes de alta intensidad o para fabricar edulcorantes de mesa. Ejemplos de estos productos son alimentos y bebidas sólidos y líquidos, como productos lácteos (yoghurt, batidos, natillas), café, té, chocolate, bebidas instantáneas, gaseosas, zumos de frutas, bebidas a base de zumos de frutas, bebidas alcohólicas (aperitivos, bitters, licores), productos horneados (galletas, bizcochos), golosinas (caramelos, gelatinas, chocolatinas), chicles y similares. Ejemplos de otros productos que pueden edulcorarse con la presente composición son los destinados a la alimentación animal (piensos y similares), los preparados farmacéuticos y veterinarios y los preparados cosméticos (productos de higiene bucal y similares).

Las composiciones edulcorantes de esta invención pueden emplearse para edulcorar productos *per se*, por ejemplo, administradas directamente al producto a edulcorar en una amplia variedad de formas físicas tales como polvos, comprimidos, grageas, granulados, etc., y en combinación con portadores (almidón, dextrinas y otros almidones modificados, sorbitol, xilitol, maltitol, glucosa, fructosa, ácido cítrico, sal común, fosfato cálcico, etc.) y adyuvantes tecnológicos (por ejemplo, bicarbonatos, carbohidratos, etc.) u otras sustancias no tóxicas compatibles con el producto a edulcorar.

A continuación se describen algunos ejemplos no limitativos que se citan con el único propósito de ilustrar la invención. Personas expertas en la técnica pueden realizar cambios que no modifiquen el objeto de la presente patente, y que por tanto deben considerarse dentro del ámbito de la protección que se solicita. Así, por ejemplo, estas combinaciones solubles se pueden preparar con cualquier diluyente sólido, como maltodextrinas, almidón, lactosa y otros sacáridos o agentes de cuerpo de baja densidad. De la misma forma, se pueden introducir cambios en el proceso de fabricación de las combinaciones solubles, empleando cualquier otra técnica que no modifique el objeto de la presente solicitud, tal como por ejemplo, técnicas de "Spray-drying".

Ejemplo 1

Composición de neohesperidina dihidrochalcona: acesulfamo potásico 7:93

Se disuelven 93 g de acesulfamo potásico en 107 mL de agua, con agitación y calentamiento suave (50°C). Una vez obtenida una disolución clara, se añaden 7 g de neohesperidina dihidrochalcona y se sigue agitando hasta completa disolución. A continuación, se elimina el agua en vacío. El sólido resultante es de color blanquecino y corresponde a la composición de neohesperidina dihidrochalcona: acesulfamo potásico 7:93, con una solubilidad en agua a temperatura am-

biente superior a 140 g/L (solubilidad equivalente de neohesperidina dihidrochalcona superior a 10 g/L).

Ejemplo 2

Composición de neohesperidina dihidrochalcona: ciclamato sódico 10:90

En un matraz redondo de fondo plano de 1 L se pesan 20 g de neohesperidina dihidrochalcona y se completa hasta 400 g con metanol, agitando hasta completa disolución. Se añaden 180 g de ciclamato sódico anhidro y se agita durante 30 minutos. El ciclamato sódico queda en suspensión en la solución metanólica de neohesperidina dihidrochalcona. Se elimina el disolvente en rotavapor a 40-45°C. El sólido obtenido corresponde a la composición de neohesperidina dihidrochalcona: ciclamato sódico 10:90, con una solubilidad en agua de hasta 200 g/L a temperatura ambiente, lo que es indicativo de una solubilidad equivalente de neohesperidina dihidrochalcona de hasta 20 g/L.

Ejemplo 3

Composición de neohesperidina dihidrochalcona: sacarina sódica 12:88

Se pesan 88 g de sacarina sódica y se completa hasta 150 g con agua. Se agita a temperatura ambiente hasta disolución. Se añaden 12 g de neo-

hesperidina dihidrochalcona y se sigue agitando hasta completa disolución. Una vez eliminado el disolvente en vacío se obtiene un polvo de color blanquecino que corresponde a la composición de neohesperidina dihidrochalcona: sacarina sódica 12:88, con una solubilidad en agua a temperatura ambiente superior a 500 g/L (solubilidad equivalente de neohesperidina dihidrochalcona superior a 60 g/L).

Ejemplo 4

Composición de neohesperidina dihidrochalcona: ciclamato sódico: sacarina sódica 3:79:18

Se disuelven 131,7 g de ciclamato sódico anhidro y 30 g de sacarina sódica en 338,3 mL de agua, con agitación y calentamiento suave (50°C). Una vez obtenida una disolución clara, se añaden 5 g de neohesperidina dihidrochalcona y se sigue agitando hasta disolución completa. A continuación se elimina el agua en vacío. Se obtiene un sólido de color blanquecino, correspondiente a la composición de neohesperidina dihidrochalcona: ciclamato sódico: sacarina sódica 3:79:18, con una solubilidad en agua a temperatura ambiente superior a 430 g/L, con lo que se aumenta 13 veces la solubilidad equivalente de neohesperidina dihidrochalcona.

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Nuevas composiciones edulcorantes de solubilidad instantánea en agua compuestas de neohesperidina dihidrochalcona con otro u otros edulcorantes de alta intensidad, estando la razón en peso de la neohesperidina dihidrochalcona al total de los otros edulcorantes entre 1:999 y 1:4,5.

2. Nuevas composiciones edulcorantes de solubilidad instantánea en agua compuestas de neohesperidina dihidrochalcona con otro u otros edulcorantes de alta intensidad, según la reivindicación 1^a, **caracterizado** en que los otros edulcorantes de alta intensidad son la sacarina, el ciclamato y el acesulfamo, así como sus sales aceptables para el consumo de seres humanos y animales.

3. Nuevas composiciones edulcorantes de solubilidad instantánea en agua compuestas de neohesperidina dihidrochalcona con otro u otros edulcorantes de alta intensidad, según las reivindicaciones 1^a y 2^a, estando la razón en peso de la neohesperidina dihidrochalcona al total de los otros edulcorantes preferentemente entre 1:99 y 1:7.

4. Procedimiento de obtención de nuevas composiciones edulcorantes de solubilidad instantánea en agua compuestas de neohesperidina dihidrochalcona con otro u otros edulcorantes de alta intensidad, según las reivindicaciones 1^a y 2^a, consistente en la disolución de 1 parte en peso de neohesperidina dihidrochalcona en una disolución acuosa que contiene de 4,5 a 999 partes en peso de los otros edulcorantes en total, o bien en

la disolución de 1 parte en peso de neohesperidina dihidrochalcona en un disolvente adecuado diferente al agua y posterior adición de 4,5 a 999 partes en peso de los otros edulcorantes en total, y secado final.

5. Procedimiento de obtención de nuevas composiciones edulcorantes de solubilidad instantánea en agua compuestas de neohesperidina dihidrochalcona con otro u otros edulcorantes de alta intensidad, según las reivindicaciones 2^a y 3^a, consistente en la disolución de 1 parte en peso de neohesperidina dihidrochalcona en una disolución acuosa que contiene de 7 a 99 partes en peso de los otros edulcorantes en total, o bien en la disolución de 1 parte en peso de neohesperidina dihidrochalcona en un disolvente adecuado diferente al agua y posterior adición de 7 a 99 partes en peso de los otros edulcorantes en total, y secado final.

6. Procedimiento de obtención de nuevas composiciones edulcorantes de solubilidad instantánea en agua compuestas de neohesperidina dihidrochalcona con otro u otros edulcorantes de alta intensidad, según la reivindicación 4^a, **caracterizado** por invertir el orden de adición de los componentes.

7. Procedimiento de obtención de nuevas composiciones edulcorantes de solubilidad instantánea en agua compuestas de neohesperidina dihidrochalcona con otro u otros edulcorantes de alta intensidad, según la reivindicación 5^a, **caracterizado** por invertir el orden de adición de los componentes.



INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤ Int. Cl.⁶: A23L 1/236

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	US 3653923 A (ISHII, K. et al.) 04.04.1972, todo el documento, en particular columna 2, líneas 27-46.	1-7
X	US 5300309 A (FOGUET, R. et al.) 05.04.1994, todo el documento, en particular, ejemplos 1,2,5.	1,2
X	EP 0500977 A1 (ZOSTER, S.A.) 02.09.1992, todo el documento, en particular, ejemplos 2-4.	1
X	MONTIJANO, H.: "Aplicaciones de neohesperidina dc en la formulación de yogurt de bajo contenido calórico", 1996, Alimentaria, páginas 99-101, tabla I, ejemplos.	1-3
A	LINDLEY, M.G.: "Neohesperidine dihydrochalcone: recent findings and technical advances", 1996, Adv. Sweeteners, Editor(s): Grenby, T.H. Publisher: Blackie, Glasgow, UK, páginas 240-252, todo el documento.	1-7
A	BORREGO, F. et al.: "Neohesperidin dihydrochalcone: state of knowledge", 1995, Z. Lebensm. Unters. Forsch., 200, páginas 32-37, todo el documento.	1-7

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones n.º:

Fecha de realización del informe

23.12.1999

Examinador

A. Maquedano Herrero

Página

1/1