

(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS  
ESPAÑA



(11) Número de publicación: **2 358 397**

(51) Int. Cl.:

**C08B 37/00** (2006.01)  
**A61K 47/36** (2006.01)  
**A23L 1/0532** (2006.01)  
**A61K 8/73** (2006.01)  
**A61K 31/731** (2006.01)

(12)

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.03.2009 E 09718931 (0)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.05.2015 EP 2252635**

(54) Título: **Carragenina modificada por un procedimiento de intercambio iónico**

(30) Prioridad:

**12.03.2009 US 403097**  
**14.03.2008 US 207858**  
**14.03.2008 US 207857**  
**14.03.2008 US 207856**

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**01.07.2015**

(73) Titular/es:

**CP KELCO U.S., INC. (100.0%)**  
**3100 Cumberland Boulevard, Suite 600**  
**Atlanta, GA 30339, US**

(72) Inventor/es:

**TRUDSOE, JENS ESKIL**

(74) Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 358 397 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

Carragenina modificada por un procedimiento de intercambio iónico

La presente solicitud reivindica el beneficio de prioridad de la Solicitud de Patente Provisional de Estados Unidos Nº 61/207.856, presentada el 14 de marzo de 2.008, titulada "Ion Exchange Resin Process for Use with Carrageenan" y la Solicitud de Patente Provisional de Estados Unidos Nº 61/207.858, presentada el 14 de marzo de 2.008, titulada "Kappa Carrageenan Products and Methods for Making" y la Solicitud de Patente Provisional de Estados Unidos Nº 61/207.857, presentada el 14 de marzo de 2.008, titulada "Carrageenan Process and Apparatus"; cuyas descripciones se incorporan en la presente memoria como referencia en su totalidad.

### **Campo**

10 La presente invención se refiere a composiciones de carragenina y a procedimientos para prepararlas. Más específicamente, la presente invención se refiere a composiciones de carragenina iota o kappa con cationes gelificantes reducidos y procedimientos que dan como resultado reducción de cationes gelificantes en extractos de carragenina.

### **Antecedentes**

15 La producción de carragenina se puede remontar a Irlanda donde se recogieron primero plantas de la especie de las algas rojas de *chondrus crispus* con rastrillos durante la marea baja o por recolección de las algas que habían sido arrastradas hasta la playa. Después de la recogida, se lavaron típicamente las malas hierbas, se blanquearon al sol, se secaron y se hirvieron con leche para formar un pudín. Las malas hierbas mismas se apodaban "Musgo de Irlanda" y después de hacerse familiar para la mayor parte de Europa, los inmigrantes irlandeses del Siglo Diecinueve lo llevaron a EE.UU. y Canadá también.

20 En la actualidad, este pudín de algas está limitado en su mayoría a la historia cultural de Irlanda, pero la carragenina ha llegado a ser mucho más importante debido a su eficacia como aditivo alimentario funcional en formación de geles en un sistema acuoso, que lo hace útil en una amplia variedad de aplicaciones, incluyendo cerveza (en la que se ha usado durante más de 150 años como una clarificación) para carne y productos alimenticios elaborados como bebidas lácteas y postres; preparaciones farmacéuticas tales como cápsulas de gel administradas por vía oral; productos para el cuidado personal tales como pasta de dientes y preparaciones para el cuidado de la piel y productos domésticos tales como gel ambientador y geles de limpieza.

25 Los métodos contemporáneos de extracción y producción de carragenina han avanzado considerablemente en los últimos cincuenta años. Quizá lo más significativo es que hoy en día, en vez de recoger algas silvestres, las plantas que contienen carragenina tales como *Kappaphycus cottonii* (*Kappaphycus alvarezii*), *Euchema spinosum* (*Euchema denticulatum*) y la *Chondrus crispus* mencionada anteriormente se siembran más comúnmente a lo largo de cuerdas de nailon y se recogen en operaciones de cultivo masivo de acuicultura en particular en partes del mediterráneo y por gran parte del Océano Índico y a lo largo de la Costa Asiática del Océano Pacífico. Igual que en el procedimiento del siglo Diecinueve, en los procedimientos contemporáneos antes de tratamiento adicional las algas materias prima 30 se limpian primero cuidadosamente en agua para retirar impurezas y después se secan. Después, como se describe en la Patente de EE.UU. Nº 3.094.517 a Stanley et al. (cuya descripción se incorpora en la presente memoria como referencia) se extrae la carragenina del alga limpia mientras que al mismo tiempo también se somete a modificación alcalina poniendo el alga en disolución hecha ligeramente alcalina por la adición de una concentración baja de sal alcalina (es decir, un pH de la disolución se eleva a un intervalo de, por ej., 9-10) y después se calienta esta 35 disolución a una temperatura de alrededor de 80°C durante un periodo de tiempo de aproximadamente 20 minutos a tanto como dos horas.

40 La temperatura a la que la carragenina gelifica y funde depende de una serie de factores que incluyen especialmente la concentración de cationes gelificantes tales como iones potasio y calcio. En términos generales, cuanto mayor la concentración de cationes gelificantes mayor la temperatura de gelificación y fusión de la carragenina. Dichos cationes pueden venir no sólo de la composición a la que se añade la carragenina como un agente gelificante sino 45 también de la propia carragenina.

45 Los productos de carragenina con concentraciones de catión gelificante relativamente altas requieren tratamiento a temperaturas relativamente altas. En general, se prefieren los procedimientos a temperatura inferior puesto que éstos ahorran tiempo de tratamiento, son menos caros y no afectan negativamente a la preparación de la composición en que se está incluyendo la carragenina. El tratamiento a temperatura inferior es especialmente 50 importante para composiciones alimenticias, donde las temperaturas superiores pueden dañar los comestibles de base que se incluyen en el producto alimenticio.

55 Someter el alga que contiene carragenina a modificación alcalina tiene el resultado deseado de reducir la concentración de catión gelificante en el producto resultante de carragenina; sin embargo, la extensión a que se pueden reducir los niveles de catión gelificante está limitada debido a que sólo se pueden usar concentraciones relativamente bajas de álcali de manera que no se despolimerice (y así se dañe) la carragenina en el alga. Así, aún cuando se reduzcan las concentraciones de catión gelificante, aún permanecen altas.

Por ejemplo, cuando NO se usa un procedimiento de modificación alcalina (a saber, en un procedimiento de extracción neutra), los niveles de concentración de cationes típicos en carragenina iota o kappa son:

	Iota	Kappa
Potasio:	Aproximadamente 4%	Aproximadamente 4%
Calcio:	Aproximadamente 0,6%	Aproximadamente 0,4%
Magnesio:	Aproximadamente 0,7%	Aproximadamente 0,5%
Sodio:	Aproximadamente 3%	Aproximadamente 2%

Cuando se usa una etapa de modificación alcalina para reducir estas concentraciones de catión gelificante, (a saber, en un procedimiento de extracción tradicional), tal como en la Patente de EE.UU. Nº 3.094.517, que hace uso de hidróxido de calcio como agente de modificación alcalina, los niveles de concentración de catión resultantes en carragenina iota o kappa son:

	Iota	Kappa
Potasio:	Aproximadamente 5%	Aproximadamente 5%
Calcio:	Aproximadamente 3%	Aproximadamente 2%
Magnesio:	Aproximadamente 0,1%	Aproximadamente 0,01%
Sodio:	Aproximadamente 2%	Aproximadamente 1%

Como se puede ver, la etapa de modificación alcalina explicada en la Patente de EE.UU. Nº 3.094.517 reduce significativamente los niveles de iones magnesio y sodio, pero no otros cationes gelificantes tales como potasio y calcio.

10 Por contraste, cuando se usan otros álcalis, tales como hidróxido de sodio o bicarbonato de sodio como en la Patente de EE.UU. 6.063.915, los niveles de catión típicos en carragenina iota son:

Potasio:	Aproximadamente 5%
Calcio:	Aproximadamente 0,05%
Magnesio:	Aproximadamente 0,01%
Sodio:	Aproximadamente 5%

## Sumario

A la vista de lo anterior hay una necesidad en la técnica de un procedimiento para reducir la concentración de cationes gelificantes y disminuir de ese modo las temperaturas de gelificación y fusión, sin despolimerizar la carragenina o dañarla de ninguna otra manera. Adicionalmente, hay una necesidad de un procedimiento que permita una fabricación para controlar de manera precisa las temperaturas de fusión y gelificación de material de carragenina producido mediante un procedimiento de fabricación.

15 De acuerdo con una realización, una composición comprende una carragenina iota que ha sido sometida a un procedimiento de intercambio iónico. La carragenina iota sometida a intercambio iónico presenta: un contenido en potasio de aproximadamente 6 mg/g a aproximadamente 35 mg/g de carragenina; un contenido en calcio menor que aproximadamente 13 mg/g de carragenina y un contenido en magnesio menor que aproximadamente 5 mg/g de carragenina.

20 De acuerdo con otra realización, una composición comprende una carragenina kappa extraída de manera tradicional que ha sido sometida a un procedimiento de intercambio iónico. La carragenina kappa sometida a intercambio iónico tiene un contenido en potasio de aproximadamente 5 mg/g a aproximadamente 30 mg/g de carragenina; un contenido en calcio menor que aproximadamente 7 mg/g de carragenina y un contenido en magnesio menor que aproximadamente 0,2 mg/g de carragenina.

25 De acuerdo con otra realización, una composición comprende una carragenina kappa extraída de manera neutra que ha sido sometida a un procedimiento de intercambio iónico. La carragenina kappa sometida a intercambio iónico tiene: un contenido en potasio de aproximadamente 4 mg/g a aproximadamente 30 mg/g de carragenina; un contenido en calcio menor que aproximadamente 3 mg/g de carragenina y un contenido en magnesio menor que aproximadamente 3 mg/g de carragenina.

30 De acuerdo con otra realización, las carrageninas sometidas a intercambio iónico se pueden usar en un producto del

cuidado personal, un producto alimenticio, un producto doméstico o un producto farmacéutico.

De acuerdo con otra realización más, un procedimiento para producir una composición de carragenina sometida a intercambio iónico incluye las siguientes etapas: (a) extraer un material de partida de carragenina con una disolución acuosa de tratamiento para formar un extracto de carragenina iota o kappa y (b) poner en contacto el extracto de carragenina con un material de intercambio iónico catiónico ácido y reducir el contenido de catión del extracto de carragenina para producir un extracto de carragenina sometido a intercambio iónico.

De acuerdo con otra realización más, un procedimiento para producir una composición de carragenina sometida a intercambio iónico incluye las siguientes etapas: (a) proporcionar un primer extracto de carragenina con una primera temperatura de gelificación y una primera temperatura de fusión; (b) proporcionar un segundo extracto de carragenina sometido a intercambio iónico con una segunda temperatura de gelificación diferente de la primera temperatura de gelificación y una segunda temperatura de fusión diferente de la primera temperatura de fusión y (c) mezclar el primer extracto de carragenina y el segundo extracto de carragenina sometido a intercambio iónico para formar un tercer producto de carragenina con una tercera temperatura de gelificación que esté entre la primera y la segunda temperatura de gelificación y una tercera temperatura de fusión que esté entre la primera y la segunda temperatura de fusión.

#### **Breve descripción de las diversas vistas de los dibujos.**

El sumario anterior, así como la siguiente descripción detallada de realizaciones preferidas de la invención, se entenderán mejor cuando se lean junto con los dibujos adjuntos. Para el fin de ilustración de la invención, se muestran en los dibujos realizaciones que se prefieren en el momento presente. Se debería entender, sin embargo, que la invención no está limitada a las disposiciones e instrumentos precisos mostrados. En los dibujos:

La FIG. 1 muestra el efecto de la concentración de material de intercambio iónico sobre las temperaturas de gelificación y de fusión de carragenina kappa.

La FIG. 2 muestra el efecto de la concentración de material de intercambio iónico sobre la composición catiónica de la carragenina kappa tradicional.

La FIG. 3 muestra el efecto de la concentración de material de intercambio iónico sobre la composición de cationes de la carragenina kappa neutra.

La FIG. 4 muestra las temperaturas de gelificación y fusión de una mezcla 1:1 de un extracto de carragenina kappa sometido a no intercambio iónico y un extracto de carragenina kappa que ha sido sometido a intercambio iónico usando 100 g de material de intercambio iónico por litro de extracto.

La FIG. 5 muestra la composición catiónica de una mezcla 1:1 de carragenina kappa sometida a no intercambio iónico tradicional y carragenina kappa sometida a intercambio iónico tradicional.

La FIG. 6 muestra la composición catiónica de una mezcla 1:1 de carragenina kappa sometida a no intercambio iónico extraída neutra y carragenina kappa sometida a intercambio iónico extraída neutra.

La FIG. 7 muestra el efecto de la concentración de material de intercambio iónico sobre las temperaturas de gelificación y fusión de carragenina iota.

La FIG. 8 muestra el efecto de la concentración de material de intercambio iónico sobre la composición catiónica de carragenina iota tradicional.

La FIG. 9 muestra el efecto de la concentración de material de intercambio iónico sobre la composición catiónica de carragenina iota neutra.

La FIG. 10 muestra las temperaturas de gelificación y fusión de una mezcla de un extracto de carragenina iota sometida a no intercambio iónico y un extracto de carragenina iota que ha sido sometido a intercambio iónico usando 100 g de material de intercambio iónico por litro de extracto.

La FIG. 11 muestra la composición catiónica de una mezcla 1:1 de carragenina iota sometida a no intercambio iónico tradicional y carragenina iota sometida a intercambio iónico tradicional.

La FIG. 12 muestra la composición catiónica de una mezcla 1:1 de carragenina iota sometida a no intercambio iónico extraída neutra y carragenina iota sometida a intercambio iónico extraída neutra.

La FIG. 13 muestra un procedimiento ejemplar de preparación de una mezcla de carragenina sometida e intercambio iónico de acuerdo con las realizaciones ejemplares.

La FIG. 14 muestra las temperaturas de gelificación y fusión de mezclas de carragenina iota tradicional.

La FIG. 15 muestra las temperaturas de gelificación y fusión de una mezcla seca de productos de carragenina iota

tradicional sometida a no intercambio iónico y sometida a intercambio iónico.

La FIG. 16 muestra el efecto de la concentración de resina de intercambio iónico y precipitación de concentración de alcohol sobre los niveles de cationes en sistemas de carragenina kappa.

#### **Descripción detallada de las realizaciones ejemplares.**

5 Todas las partes, porcentajes y relaciones usados en la presente memoria se expresan en peso a menos que se especifique de otro modo. Todos los documentos citados en la presente memoria se incorporan como referencia.

Por "álcali" se quiere decir una base de acuerdo con la definición de Brönsted-Lowry, es decir, un álcali es una molécula o ión que acepta un protón en una reacción de transferencia de protones.

10 Por "disolución" se quiere decir cualquier combinación de dos o más sustancias, en la forma de, por ejemplo sin desear que sea limitante, una mezcla heterogénea, una suspensión, una mezcla, una solución, un gel, una dispersión o una emulsión.

Por carragenina "tradicional", "extraída de manera tradicional" o "tratada de manera tradicional" se quiere decir una carragenina que se somete a una modificación alcalina poniéndola en contacto con una disolución alcalina a temperatura elevada durante el procedimiento.

15 Por carragenina "neutra", "extraída neutra" o "tratada de manera neutra" se quiere decir una carragenina que no se pone en contacto con una disolución alcalina durante el procedimiento.

Las diversas realizaciones ejemplares descritas en la presente memoria se refieren a productos de carragenina y más específicamente carrageninas iota y kappa. Las carrageninas se pueden describir más específicamente como galactosa de repetición genérica y restos 3,6-anhidrogalactosa b-(1-4) y a-(1-3)-ligados, respectivamente y con grupos 3,6-anhidro-a-D-galactosa 4-ligada y b-D-galactosa-4-sulfato 3-ligada. La carragenina kappa difiere de la carragenina iota sólo por la presencia de un único grupo sulfato. Las moléculas mismas se disponen en una doble hélice de mano derecha con las hebras paralelas y tres pliegues, de nuevo la carragenina iota y kappa son muy similares con respecto a esto, formando con carragenina kappa una hélice ligeramente más desordenada. La hélice se estabiliza por enlaces de hidrógeno intercadena por las posiciones no sustituidas sólo en O-2 y O-6 con los grupos sulfato proyectándose hacia fuera de la hélice.

Como se mencionó anteriormente, hay una fuerte correlación entre la presencia de cationes gelificantes y gelificación. Sin estar limitados por la teoría, se cree que los geles se forman en la carragenina por gelificación de cationes tales como: Na, K, Rb, Cs, NH<sub>4</sub>, Ca<sup>2+</sup> así como algunos cationes divalentes como átomos de calcio que facilitan la interacción paralelamente de las hebras para formar una red de gel tridimensional. El mecanismo de transformación exacto de la carragenina como arrollamientos orientados de manera aleatoria a temperaturas superiores para una red gelificada es el objeto de alguna discusión. Cuando se disminuye la temperatura los arrollamientos aleatorios de las moléculas de carragenina se vuelven a agregar para formar geles. En un modelo de gelificación, se crea un gel por la formación de las moléculas de carragenina en dobles hélices; en algunas formas de carragenina (tales como carragenina kappa) estas dobles hélices se pueden agregar paralelamente debido a la influencia de los cationes gelificantes ya mencionados formando agregados de dobles hélices y finalmente formando incluso dominios de una red de gel ordenado tridimensional. Alternativamente, se ha sugerido que en el enfriamiento los arrollamientos aleatorios de las moléculas de carragenina no forman dobles hélices sino sólo estructuras de una sola hélice y que estas estructuras de una sola hélice forman hélices únicas en que los cationes gelificantes anidados en las curvas de la hélice activan la agregación intermolecular.

40 De acuerdo con diversas realizaciones ejemplares, un procedimiento para preparar una composición de carragenina incluye poner en contacto el extracto de alga que contiene carragenina con una resina de intercambio iónico para reducir la cantidad de cationes gelificantes en la carragenina. Las realizaciones ejemplares se refieren específicamente a carragenina kappa e iota, pero se pueden aplicar a un intervalo más amplio de materiales de carragenina también.

45 Según las realizaciones ejemplares, la carragenina se puede extraer de un material que contiene carragenina. Los materiales que contienen carragenina incluyen, por ejemplo, alga roja. La carragenina se puede extraer del material que contiene carragenina de acuerdo con técnicas conocidas y desarrolladas más tarde. Por ejemplo, la carragenina se puede extraer en un procedimiento modificado completamente con álcali o modificado parcialmente con álcali (es decir, "tratado de manera tradicional") o en un procedimiento que no se modifica con álcali, tal como en el caso en 50 que se extrae el alga en condiciones neutras (es decir, "tratado de manera neutra"). En un procedimiento modificado con álcali o uno modificado con álcali parcialmente, la carragenina se pone en contacto mediante un álcali tal como hidróxido de sodio y sus correspondientes carbonatos y bicarbonatos, disueltos típicamente en agua como una disolución acuosa de tratamiento. No se aplican dichos compuestos de tratamiento - sino sólo agua - en procedimientos tratados de manera neutra. Las técnicas adecuadas para extracción se discuten en las Patentes de EE.UU. Nº 3.094.517, 3.907.770 y la Publicación de Solicitud de Patente de EE.UU. Nº 2008-0317927, cuyas descripciones se incorporan en la presente memoria como referencia en su totalidad.

En realizaciones ejemplares, los extractos de carragenina proporcionados por el procedimiento de extracción tratado tradicional anterior o tratado neutro contienen diversos niveles de cationes gelificantes. Los cationes gelificantes incluyen, por ejemplo, potasio, calcio, magnesio y sodio. En una realización ejemplar, el extracto de carragenina iota tradicional puede contener aproximadamente 50 mg/g de K, aproximadamente 21 mg/g de Ca, aproximadamente 3 mg/g de Mg y aproximadamente 25 mg/g de Na. El contenido en cationes se expresa en la presente como mg/g, que como se usa en la presente memoria se refiere a miligramos de catión por gramo de carragenina. En otra realización ejemplar, el extracto de carragenina iota neutra puede contener aproximadamente 54 mg/g de K, aproximadamente 6 mg/g de Ca, aproximadamente 7 mg/g de Mg y aproximadamente 22 mg/g de Na. En otra realización ejemplar, el extracto de carragenina kappa tradicional puede contener aproximadamente 49 mg/g de K, aproximadamente 20 mg/g de Ca, aproximadamente 0,4 mg/g de Mg y aproximadamente 10 mg/g de Na. En otra realización ejemplar, el extracto de carragenina kappa neutra puede contener aproximadamente 48 mg/g de K, aproximadamente 4 mg/g de Ca, aproximadamente 5 mg/g de Mg y aproximadamente 11 mg/g de Na.

En realizaciones ejemplares, los extractos de carragenina proporcionados en el procedimiento de extracción tratado tradicional o tratado neutro, anterior, presentan una temperatura de gelificación ( $T_g$ ) y temperatura de fusión ( $T_m$ ). características. Por ejemplo, una carragenina iota tradicional con el contenido de cationes gelificantes anterior puede presentar una  $T_g$  de aproximadamente 40°C y una  $T_m$  de aproximadamente 47°C. Una carragenina iota neutra con el contenido de cationes gelificantes anterior puede presentar una  $T_g$  de aproximadamente 25°C y una  $T_m$  de aproximadamente 38°C. Una carragenina kappa tradicional con el contenido de cationes gelificantes anterior puede presentar una  $T_g$  de aproximadamente 37 °C y una  $T_m$  de aproximadamente 62°C. Una carragenina kappa neutra con el contenido de cationes gelificantes anterior puede presentar una  $T_g$  de aproximadamente 38°C y una  $T_m$  de aproximadamente 52 °C.

En diversas realizaciones, el extracto de carragenina se puede proporcionar en una disolución de extracto. Por ejemplo, un extracto seco se puede disolver en agua para formar una disolución de extracto o en el caso de que el extracto se prepare en condiciones alcalinas, la disolución de extracto puede ser la disolución que resulta de una etapa de neutralización. En realizaciones ejemplares, una disolución de extracto puede incluir desde aproximadamente 1% a aproximadamente 5% de carragenina, más preferiblemente aproximadamente 2% de carragenina (es decir, aproximadamente 20 gramos de extracto de carragenina por 1.000 gramos de disolución).

De acuerdo con las realizaciones ejemplares, el extracto de carragenina puede estar en contacto con un material de intercambio iónico. El intercambio iónico es una reacción química reversible en que se intercambia un ión en un medio fluido (tal como una disolución acuosa) por un ión cargado de manera similar unido a una partícula sólida inmóvil que es insoluble en el medio fluido. El término "material de intercambio iónico" o "resina de intercambio iónico", como se usa en la presente memoria, se refiere a todas esas sustancias. La resina de intercambio iónico se hace insoluble debido a la naturaleza reticulada del soporte polimérico al que se unen los grupos de intercambio iónico. Las resinas de intercambio iónico se clasifican como intercambiadores de cationes ácidos, que tienen iones móviles cargados positivamente disponibles para intercambio e intercambiadores de aniones, básicos, que tienen iones cargados negativamente disponibles, típicamente iones hidróxido.

En diversas realizaciones ejemplares, el material de intercambio iónico es una resina de intercambio catiónico ácida. Las resinas de intercambio catiónico ácidas ejemplares incluyen resinas de intercambio de ácido orgánico, tales como una resina de intercambio de cationes de ácido sulfónico, una resina de intercambio de cationes de ácido carboxílico, una resina de intercambio catiónico de ácido acrílico o una resina de intercambio de cationes de ácido fosfórico. En diversas realizaciones ejemplares, el material de intercambio iónico es un material de intercambio de cationes de ácido sulfónico. Las resinas de intercambio de cationes de ácido sulfónico ejemplares incluyen, por ejemplo, copolímeros de estireno-divinilbenceno sulfonados, polímeros de estireno reticulado sulfonados, resinas de fenol-formaldehído-ácido sulfónico, resinas de benceno-formaldehído-ácido sulfónico y combinaciones y mezclas de los mismos. En diversas realizaciones ejemplares, la resina de intercambio iónico se puede proporcionar en su forma ácida o en su forma de ión metálico, es decir, forma sódica. Las resinas de intercambio catiónico ácidas tales como las descritas anteriormente, están comercialmente disponibles. Una resina de intercambio catiónico ejemplar incluye una forma de ión sodio de una resina de intercambio catiónica ácida fuerte basada en un copolímero de estireno-divinilbenceno, tales como las vendidas con los nombres comerciales siguientes: LEWATIT S 1468, por LANXESS AG y AMBERLITE 252 Na, AMBERLITE 200C Na y AMBERLITE IR120 Na, por la compañía Rohm and Haas. Usando la guía proporcionada en la presente memoria, una persona familiarizada con la tecnología sería capaz de seleccionar una resina de intercambio catiónica ácida adecuada para uso con las realizaciones ejemplares.

En las realizaciones ejemplares, como resultado de la etapa del procedimiento de intercambio iónico, el extracto de carragenina puede presentar niveles reducidos de cationes gelificantes. Por ejemplo, en una realización ejemplar en que el material de intercambio iónico es una resina de intercambio catiónica ácida de forma sódica, cuando el extracto de carragenina contiene el material de intercambio iónico se pueden reducir los iones divalentes de la carragenina Ca y Mg e intercambiar por iones Na monovalentes. Para carragenina iota tradicional, la etapa del procedimiento de intercambio iónico ejemplar puede reducir el contenido de Ca a por debajo de aproximadamente 13 mg/g y puede reducir el contenido en Mg a por debajo de aproximadamente 2 mg/g y puede aumentar el contenido en Na a más de aproximadamente 45 mg/g. Para carragenina iota neutra, el procedimiento de intercambio iónico puede reducir el contenido en Ca a por debajo de aproximadamente 5 mg/g y puede reducir el contenido en Mg a por debajo de aproximadamente 5 mg/g y puede aumentar el contenido en Na a mayor que aproximadamente

45 mg/g. Para carragenina kappa tradicional, la etapa del procedimiento de intercambio iónico puede reducir el contenido en Ca a por debajo de aproximadamente 7 mg/g y puede reducir el contenido en Mg a por debajo de aproximadamente 0,2 mg/g y puede aumentar el contenido en Na a mayor que aproximadamente 30 mg/g. Para carragenina kappa neutra, el procedimiento de intercambio iónico puede reducir el contenido en Ca a por debajo de aproximadamente 5 mg/g y puede reducir el contenido en Mg a por debajo de aproximadamente 5 mg/g y puede aumentar el contenido en Na a mayor que aproximadamente 30 mg/g.

5 También se ha encontrado inesperadamente que en algunas condiciones de procedimiento, la etapa del procedimiento de intercambio iónico también reduce los niveles de potasio en el extracto de carragenina. Por ejemplo, en carragenina iota tradicional y neutra, los niveles de K se pueden reducir a menores que 35 mg/g; en 10 carragenina kappa tradicional y neutra, los niveles de K se pueden reducir a menores que 30 mg/g.

15 Sin desear estar ligados a ninguna teoría particular, se cree que la reducción en los cationes de gelificación, en particular los cationes K, Ca y Mg, corresponde a una reducción en la temperatura de gelificación y fusión de la carragenina. Por ejemplo, disminuyendo los cationes de gelificación, una carragenina iota tradicional puede tener una  $T_G$  reducida entre aproximadamente 18°C y 30°C y una  $T_M$  reducida entre aproximadamente 27 °C y aproximadamente 37 °C. Para carragenina iota neutra, reducir los cationes de gelificación puede dar como resultado 20 una  $T_G$  reducida entre aproximadamente 5°C y aproximadamente 17°C y una  $T_M$  reducida entre aproximadamente 17 °C y aproximadamente 27°C. Para carragenina kappa tradicional, reducir los cationes gelificantes puede dar como resultado una  $T_G$  reducida entre aproximadamente 10°C y aproximadamente 27°C y una  $T_M$  reducida entre aproximadamente 23 °C y aproximadamente 45 °C. Para carragenina kappa neutra, reducir los cationes gelificantes puede dar como resultado una  $T_G$  reducida entre aproximadamente 10°C y aproximadamente 35°C y una  $T_M$  reducida entre aproximadamente 23 °C y aproximadamente 45 °C.

25 De acuerdo con las diversas realizaciones ejemplares, la cantidad de material de intercambio iónico usada variará dependiendo de la concentración del extracto de carragenina en la disolución de extracto - para concentraciones mayores de extracto en la disolución de extracto se tendrá que usar más material de intercambio iónico para obtener el mismo efecto que con disoluciones de extracto de concentración inferior. En realizaciones ejemplares, la concentración del material de intercambio iónico puede oscilar desde aproximadamente 0,5 g/g de carragenina a 30 aproximadamente 10 g/g de carragenina en la disolución, más preferiblemente aproximadamente 1,25 g/g de carragenina a aproximadamente 10 g/g de carragenina en disolución y más preferiblemente de aproximadamente 2,5 g/g de carragenina a aproximadamente 10 g/g de carragenina en disolución. En realizaciones ejemplares, en que la disolución de extracto comprende 2% de extracto de carragenina, la concentración del material de intercambio iónico puede oscilar de aproximadamente 10 g/l a aproximadamente 200 g/l, más preferiblemente aproximadamente 25 g/l a aproximadamente 200 g/l y más preferiblemente de aproximadamente 50 g/l a aproximadamente 200 g/l.

35 De acuerdo con las realizaciones ejemplares, la temperatura durante la etapa del procedimiento de intercambio iónico debe ser suficientemente alta para asegurar que se disuelva la carragenina, pero suficientemente baja para evitar el daño a la resina de intercambio iónico. En diversas realizaciones ejemplares, la temperatura de la etapa del procedimiento de intercambio iónico puede estar dentro del intervalo de aproximadamente 30 °C a aproximadamente 90 °C, preferiblemente de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 80 °C y más preferiblemente de 40 aproximadamente 60 °C a aproximadamente 70 °C.

45 En las diversas realizaciones ejemplares, la etapa del procedimiento de intercambio iónico tiene lugar muy rápido y la etapa de intercambio iónico es adecuada para un procedimiento continuo. Por ejemplo, el extracto o la disolución de carragenina se puede hacer pasar a través de una columna empaquetada con resina de intercambio iónico, en que el caudal del extracto y la altura de la columna determinan, en parte, la extensión en que el extracto puede experimentar intercambio de iones. En realizaciones en que el procedimiento de intercambio iónico se puede llevar a cabo en un procedimiento discontinuo, la etapa del procedimiento de intercambio iónico puede llevar a 50 aproximadamente 5-30 minutos, preferiblemente 20-30 minutos.

55 En diversas realizaciones ejemplares, la carragenina sometida a intercambio iónico se puede precipitar, secar y/o moler de acuerdo con técnicas conocidas. En una realización ejemplar, el extracto de carragenina en polvo sometido a intercambio de iones se puede usar por sí mismo en una composición o producto del consumidor. Otros aspectos de los procedimientos para producción de carragenina de acuerdo con las realizaciones ejemplares no están limitados en particular, y en el caso de que sea necesario, se puede usar tecnología de carragenina convencional. Además de las etapas específicas explicadas en la presente memoria, los procedimientos de las realizaciones ejemplares pueden comprender además procedimientos adicionales asociados típicamente a la producción de 60 carragenina.

65 En diversas realizaciones ejemplares, la carragenina sometida a intercambio iónico se puede combinar o mezclar con uno o más extractos de carragenina adicionales. En estas realizaciones, se prevé que se usarán juntos tipos de carragenina similares, es decir, carragenina iota se combinará con carragenina iota y carragenina kappa se combinará con carragenina kappa. Se encontrado inesperadamente que la mezcla de carragenina sometida a intercambio iónico, con un extracto de carragenina adicional proporciona una composición que tiene características de gelificación y de fusión únicas. Sin desear estar ligados a una teoría particular, se cree que cuando se mezclan los dos materiales de carragenina interactúan y comparten iones, dando como resultado una composición de

5 caragenina con propiedades híbridas, en vez de simplemente una mezcla de dos carrageninas diferentes. Por ejemplo, si una carragenina sometida a intercambio iónico que tiene una primera  $T_G$  y una primera  $T_M$  se mezcla con una carragenina sometida a no intercambio iónico que tiene una segunda  $T_G$  y una segunda  $T_M$  que son mayores que la primera  $T_G$  y la primera  $T_M$ , respectivamente, la mezcla de carragenina resultante tendría una tercera  $T_G$  que estaría entre la primera y la segunda  $T_G$  y la tercera  $T_M$  que estaría entre la primera y la segunda  $T_M$ . La  $T_G$  y  $T_M$  resultantes de la mezcla de carragenina se refieren a la relación de las cantidades de las dos fracciones de carragenina iniciales. De manera similar, la mezcla de carragenina también puede presentar un contenido en catión de gelificación que esté entre el contenido de las dos fracciones de carragenina iniciales, referido a la proporción de las dos fracciones de carragenina iniciales. (Esto se ilustra además en los Ejemplos, a continuación). Controlando la 10 proporción de las dos fracciones de carragenina iniciales, se pueden controlar las propiedades de la mezcla de carragenina.

15 En diversas realizaciones, las carrageninas sometidas a intercambio iónico se pueden combinar con composiciones de carragenina sometidas a no intercambio iónico o sometidas a intercambio iónico tales como las descritas en las solicitudes previas discutidas en las Solicitudes de Patente de EE.UU. presentadas anteriormente y también en la Publicación de Solicitud de Patente de EE.UU. Nº 2008-0317926, la Publicación de Solicitud de Patente de EE.UU. Nº 2008-0317790, la Publicación de Solicitud de Patente de EE.UU. Nº 2008-0317789 y la Publicación de Solicitud de Patente de EE.UU. Nº 2008-0317791, cuyas descripciones se incorporan en la presente memoria como referencia en su totalidad.

20 En realizaciones ejemplares, se pueden combinar las dos o más carrageninas en disolución o forma de gel. En otra realización ejemplar, las dos o más carrageninas se pueden tratar individualmente a polvos secos y mezclar después juntas en la forma seca. Durante la preparación de geles, los cationes presentes en las dos o más fracciones se pueden intercambiar para formar una mezcla de carrageninas como se describió anteriormente.

25 Diversas realizaciones ejemplares proporcionan un procedimiento para preparar una mezcla incluyendo el extracto de carragenina sometido a intercambio iónico. Con referencia a la FIG. 13, en un procedimiento 1 ejemplar, un extracto 10 de carragenina (tal como un extracto de carragenina iota o kappa extraído de manera tradicional o de manera neutra) se puede hacer pasar bajo presión a una válvula 20. La válvula 20 puede ser cualquier dispositivo capaz de controlar el reparto del flujo desde el paso 10 de entrada en dos porciones: una primera porción 22 de extracto y una segunda porción 25 de extracto. Por ejemplo, la válvula 20 puede ser una válvula de distribución u otro dispositivo similar. La válvula 20 puede dirigir la segunda porción 25 de extracto a y en un intercambiador 30 de 30 iones. En realizaciones ejemplares, el intercambiador 30 de iones aloja un material de intercambio iónico, tal como un intercambiador de cationes ácido en forma sódica. La cantidad del material de intercambio de iones y la velocidad de flujo de fluido a través del intercambiador de iones pueden determinar la eficacia del procedimiento de intercambio de iones (es decir, la cantidad de iones intercambiados). Como la segunda porción 25 de extracto fluye a través del intercambiador 30 de iones, la carragenina de la segunda porción de extracto se pone en contacto con el 35 material de intercambio iónico, reduciendo el contenido en cationes gelificantes de la carragenina para producir una segunda porción 35 del extracto sometida a intercambio iónico. La segunda porción 35 de extracto sometida a intercambio iónico y la primera porción 22 de extracto se encuentran en un conector 40. El conector 40 puede ser cualquier dispositivo capaz de combinar la segunda porción 35 de extracto sometida a intercambio iónico y la primera porción 22 de extracto para producir una mezcla 45 de carragenina. Por ejemplo, un conector 40 puede ser 40 una válvula de mezcla con un Conector en T. Usando la guía proporcionada en la presente memoria, una persona familiarizada con los sistemas de flujo de fluidos comprendería cómo seleccionar dispositivos adecuados para la válvula 20, el intercambiador 30 de iones y el conector 40, así como otros elementos del procedimiento 1.

45 De acuerdo con las realizaciones ejemplares, se puede proporcionar un medio para controlar el flujo a través del procedimiento 1, de manera automática o de manera manual. Por ejemplo, puede proporcionarse un medio para ajustar el flujo en y/o fuera de la válvula 20 y/o el conector 40. Se pueden disponer uno o más sensores (por ejemplo, sensores de flujo de fluido, sensores de temperatura, sensores de presión, etc.) en uno o más pasillos y válvulas para vigilar el flujo de fluido a través del procedimiento 1. Estos sensores pueden generar señales que se pueden transmitir a un dispositivo de entrada/salida tal como un ordenador u otro terminal de visualización. Un operador humano puede vigilar estas señales y ajustar el flujo a través de la válvula 20 y/o el conector 40 u otros 50 ajustes del procedimiento. Alternativamente, la modificación del ajuste del procedimiento puede ser automática, tal como con un algoritmo preprogramado en un programa de ordenador. Usando la guía proporcionada en la presente memoria, una persona familiarizada con los sistemas de flujo de fluido entenderá cómo seleccionar un medio adecuado para controlar el flujo de fluido a través del procedimiento 1.

55 De acuerdo con las realizaciones ejemplares, el procedimiento 1 se puede usar para producir un extracto de carragenina con una temperatura de gelificación y fusión predeterminadas. Se puede disolver en agua un extracto de carragenina sometido a no intercambio iónico (es decir, tal como un extracto de carragenina iota o kappa extraído de manera tradicional o de manera neutra) con una primera  $T_G$  y  $T_M$  para producir una disolución 10 de extracto que se puede bombardear bajo presión a la válvula 20. La válvula 20 puede repartir después la disolución 10 de extracto en dos porciones: una primera porción 22, que tiene primera  $T_G$  y  $T_M$  iguales que la disolución de extracto y una segunda porción 25 que se dirige al intercambiador 30 iónico, que convierte la segunda porción 25 en una segunda porción 35 sometida a intercambio iónico que tiene una segunda  $T_G$  y  $T_M$  que son menores que la primera  $T_G$  y  $T_M$ . Cuando la primera porción 22 y la segunda porción 35 sometida a intercambio iónico se combinan en el conector 40,

la mezcla 45 de carragenina resultante tiene una tercera  $T_G$  y  $T_M$  que están entre la primera y la segunda  $T_G$  y  $T_M$ , respectivamente. La válvula 20 y/o el conector 40 se pueden ajustar para cambiar la relación de la cantidad de la primera porción 22 a la cantidad de la segunda porción 35 sometida a intercambio iónico que se combinan para producir la mezcla 45 de carragenina. La tercera  $T_G$  y  $T_M$  variarán en proporción a la relación de la primera porción 22 a la segunda porción 35 sometida a intercambio iónico.

5 En otras palabras, las temperaturas de fusión y gelificación se pueden aumentar o disminuir controlando los ajustes de la válvula 20 y/o el conector 40 para regular la proporción de la primera porción 22 a la segunda porción 35 sometida a intercambio iónico.

10 En diversas realizaciones ejemplares, se pueden usar la carragenina sometida a intercambio iónico o una mezcla que incluye la carragenina sometida a intercambio iónico en diversos productos. La carragenina sometida a intercambio iónico es particularmente beneficiosa en productos en que debe tener lugar gelificación y/o fusión a temperaturas inferiores a lo que es posible con productos de carragenina convencionales. Por ejemplo, los productos de carragenina de las realizaciones ejemplares se pueden incorporar a diversos productos tales como geles ambientadores; emulsiones de agua en aceite (tales como lociones para el cuidado de la piel y margarinas bajas en grasa); productos farmacéuticos tales como cápsulas y productos elaborados de carne, aves de corral y pescado.

15 Estos productos se discuten con más detalle a continuación y en la Publicación de Solicitud de Patente de EE.UU. Nº 2008-0317683, cuya descripción se incorpora en la presente memoria como referencia su totalidad.

En realizaciones ejemplares, se puede usar la carragenina sometida a intercambio iónico o una mezcla que incluye la carragenina sometida a intercambio iónico en productos domésticos tales como geles ambientadores. Los geles ambientadores ejemplares contienen uno o más tensioactivos no iónicos y cuando los geles se calientan por encima de un cierto punto (referido como el "punto de turbidez", los tensioactivos no iónicos típicamente presentan un punto de turbidez en el intervalo de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 60 °C) los tensioactivos no iónicos llegan a ser menos solubles y precipitan del gel conduciendo a un gel no transparente, turbio. Los productos de carragenina de la presente invención se pueden adaptar a gel en o por debajo del punto de turbidez del tensioactivo, evitando así que se congelen los cristales de tensioactivo en el gel y evitándose así que el gel ambientador resultante se haga turbio y no transparente.

20 En realizaciones ejemplares, se puede usar la carragenina sometida a intercambio iónico o una mezcla que incluye la carragenina sometida a intercambio iónico en un gel ambientador de ajuste en frío. Los geles ambientadores convencionales se preparan calentando la composición a aproximadamente 70-90 °C, después de lo cual tiene lugar la gelificación durante el enfriamiento. Sin embargo, el calentamiento proporciona una pérdida sustancial de la fragancia usada en la formulación de ambientador ya que algo del material de fragancia se evapora durante el calentamiento. Los productos de carragenina de las realizaciones ejemplares se pueden adaptar para que se disuelvan a temperaturas a o por debajo de la temperatura ambiente, que elimina la pérdida de fragancias. Una vez disuelta, la formulación de ambientador líquido se puede verter en su envase final, que contiene cationes gelificantes (como se discutió anteriormente) que junto con la carragenina forman la red de gel. Tales cationes se pueden añadir directamente al envase antes de llenar el envase con la formulación de ambientador o se pueden añadir los cationes como un recubrimiento, tal como un recubrimiento de película, con el que se recubre previamente el envase. Como los cationes se difunden en la formulación de ambientador en condiciones de reposo, la formulación de ambientador gelificará en un gel homogéneo.

25 En realizaciones ejemplares, se puede usar la carragenina sometida a intercambio iónico o una mezcla que incluye la carragenina sometida a intercambio iónico en emulsiones de agua en aceite, tales como aquéllas para uso en productos alimenticios o productos para el cuidado personal. Las emulsiones de agua en aceite se caracterizan por una fase oleosa continua en que se dispersa una fase discontinua de gotitas de agua. En muchos casos se desea que la emulsión de agua en aceite se invierta a una emulsión de aceite en agua a una temperatura especificada de manera que la emulsión libere sus constituyentes solubles en agua. Un ejemplo es la margarina, donde la emulsión se invierte en la boca para liberar aromas y sales solubles en agua. La gelatina es el estabilizante preferido de la fase acuosa, puesto que la gelatina asegura que la fase acuosa funda a la misma temperatura que la fase oleosa. Esta temperatura es aproximadamente la temperatura en la boca y así a través de la saliva y la cizalla en la boca, la emulsión se invierte a una emulsión de aceite en agua y libera aroma y sal. Los productos de carragenina convencionales no pueden formar geles que fundan a la temperatura de la boca pero los productos de carragenina de la presente invención se pueden adaptar para que lo hagan.

30 Con respecto a productos para el cuidado personal, la mayoría de las lociones para el cuidado de la piel se produce como emulsiones de aceite en agua, en que la fase acuosa es la fase continua. Esto es desventajoso debido a que requiere el uso de conservantes en las formulaciones de lociones para el cuidado de la piel. Hay un deseo de eliminar los conservantes en lociones para el cuidado de la piel, en particular conservantes del tipo parabeno, debido a que presentan alguna similitud con las hormonas. El uso de productos de carragenina de las realizaciones ejemplares hace posible proporcionar una loción para el cuidado de la piel en la forma de una emulsión de agua en aceite. En estas emulsiones de agua en aceite, la fase continua no requiere conservantes, pero la emulsión de agua en aceite se invertirá a una emulsión de aceite en agua extensible a la temperatura de la piel y la cizalla de frotamiento en la loción. En una realización ejemplar, se puede usar la carragenina sometida a intercambio iónico o una mezcla que incluye la carragenina sometida a intercambio iónico en una emulsión de agua en aceite que comprende 20-80% de aceite y la emulsión se invierte a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 37-50 °C.

En diversas realizaciones ejemplares, la carragenina sometida a intercambio iónico o una mezcla que incluye la carragenina sometida a intercambio iónico se puede usar para encapsulación tal como para encapsulación de sabor o encapsulación de fármacos. En los casos en que el agente que se está encapsulando es sensible al calor, los productos de carragenina sometidos a intercambio iónico de las realizaciones ejemplares pueden encapsular el agente a temperaturas bajas. La carragenina o mezcla de carrageninas sometida a intercambio iónico también se puede formular especialmente para liberar el agente encapsulado dentro de un intervalo de temperatura fijado como objetivo predeterminado, cambiando las propiedades de intercambio iónico o por mezcla de dos carrageninas en una relación calculada para proporcionar una carragenina con la  $T_G$  y  $T_M$  deseadas. En una realización ejemplar, la carragenina sometida a intercambio iónico o una mezcla que incluya la carragenina sometida a intercambio iónico se puede usar en un producto farmacéutico para encapsular un fármaco que debe ser liberado a temperaturas en el intervalo aproximadamente 37-50°C.

En diversas realizaciones ejemplares, se puede usar la carragenina sometida a intercambio iónico o una mezcla que incluye la carragenina sometida a intercambio iónico en productos elaborados de carne, aves de corral y pescado. Los productos elaborados de carne, aves de corral y pescado con frecuencia son tratados en caliente a la temperatura de pasteurización, que es aproximadamente 72°C. La fase acuosa de dichos productos contiene típicamente hasta aproximadamente 3% de cloruro de sodio, que impide la disolución de productos de carragenina convencionales. Los productos de carragenina de la presente invención se pueden adaptar para que se disuelvan a una temperatura a o por debajo de la temperatura de pasteurización, que conduce a la disolución del producto de carragenina y así un gel más homogéneo en el producto tratado final de carne, aves de corral o pescado.

Las realizaciones ejemplares se explicarán ahora con mayor detalle con respecto a los siguientes ejemplos no limitantes. Estos ejemplos y sus descripciones textuales adjuntas, presentarán descripciones detalladas del procedimiento de las realizaciones ejemplares así como los resultados obtenidos del procedimiento experimental. Se presentará análisis adicional de los resultados y se complementará mediante posibles explicaciones teóricas.

### **Métodos experimentales**

El siguiente equipo experimental, los materiales y los métodos se usaron en la realización de los presentes experimentos. La aplicación de estos métodos experimentales se introduce en la sección ejemplos específica a continuación que ilustra las realizaciones ejemplares y la ponen dentro del contexto de la técnica anterior.

#### **Equipo**

- Agitador magnético y calentador provisto de control de temperatura. por ej., Ikamag Ret producido por Janke & Kunkel GmbH, Alemania.
- Vasos de precipitados, 1 litro y 2 litros.
- Matraz Erlenmeyer de 2 litros, embudo Büchner y bomba de vacío.
- Tela filtrante.
- Reómetro - Haake RheoStress RS100 provisto de copa Z20/48 mm y rotor Z20 DIN producido por Thermo Electron GmbH, Alemania.
- Equilibrio analítico, pesando con dos decimales - Sartorius Basic B3100P producido por Sartorius GmbH, Alemania.
- Autoclave, 25 litros

#### **Productos químicos:**

- Metil-4-hidroxibenzoato de sodio, analítico, Merck, KGaA, Darmstadt, Alemania Alcohol isopropílico, 100%
- Glicerina, analítica, Scharlau Chemie, Barcelona, España
- Esencia de limón, H, N, Fusgaard, Roedovre, Dinamarca
- Cremophor RH 40, BASF, Ludwigshafen, Alemania
- Resina de intercambio iónico, Lewatit® S-1468, resina de intercambio catiónico ácido en forma sódica, LANXESS, Leverkusen, Alemania

#### **Método de extracción de carragenina tradicional:**

Se llevó a cabo Extracción de Carragenina "Tradicional" de acuerdo con las Patentes de EE.UU. Nº 3.094.517 y la Patente de EE.UU. 3.907.770, como se describió anteriormente y específicamente según las siguientes etapas:

1. Se extrajo carragenina con un excedente de hidróxido de calcio y se dejó a alta temperatura durante 24 horas

para proporcionar modificación completa de álcali.

2. Se filtró después el extracto, se neutralizó a pH aproximadamente 9 con dióxido de carbono, se filtró de nuevo y se precipitó en tres volúmenes de isopropanol al 100%.

5 3. Se prensó después el precipitado y se secó a 70 °C durante la noche y después se molió en un tamiz de 0,250 mm.

Método de extracción de carragenina neutra:

La extracción neutra de algas con agua desmineralizada se llevó a cabo según el siguiente procedimiento:

1. Se lavó el alga tres veces en 1 litro de agua desmineralizada y se mantuvo en un refrigerador.

2. Se pusieron aproximadamente 130 g de alga lavada en un vaso de precipitados de 10 litros.

10 3. Se añadieron 7.500 ml de agua desmineralizada en ebullición y se realizó extracción a 90 °C durante 1 hora.

4. Se filtró el alga extraída usando tierra de diatomeas como coadyuvante de la filtración.

5. El extracto filtrado se precipitó en tres volúmenes de isopropanol al 100%, se prensó a mano y se secó a 70 °C durante la noche; finalmente después se molió sobre un tamiz de 0,250 mm.

Intercambio iónico de carragenina disuelta:

15 1. Se dispersaron 20 g de carragenina seca en 1 litro de agua desmineralizada y se disolvieron por calentamiento a 70 °C con agitación (produciendo una disolución al 2%).

2. Se añadieron diversas cantidades de resina de intercambio iónico a la disolución caliente y se dejó que la mezcla reposara a 70 °C durante varios períodos de tiempo.

20 3. Despues, se filtró la mezcla sobre una tela de nailon y se precipitó el líquido en tres volúmenes de alcohol isopropílico al 100% y se lavó una vez en 500 ml de alcohol isopropílico al 100%.

4. Se secó el precipitado a 70 °C durante la noche y se molió en un tamiz de 0,250 mm.

Intercambio iónico de extracto de alga de carragenina kappa neutra:

El intercambio iónico de extracto de carragenina kappa neutra se realizó como sigue:

1. Se lavaron 600 g de alga *E. cottonii* seca cuatro veces en agua de la planta de producción.

25 2. Se puso el alga lavada en un autoclave con 15 litros de agua de la planta de producción y se extrajo a 100 °C durante 30 minutos.

3. Se tamizó el alga extraída y se dejó reposar durante 3-4 horas a una temperatura de aproximadamente 90 °C.

4. Se filtró el extracto en un filtro de diatomeas y se precipitó una muestra pequeña en alcohol isopropílico para determinar la concentración de carragenina.

30 5. Se sometieron a intercambio iónico las muestras del extracto con diferentes cantidades de resina de intercambio iónico a 70 °C durante 30 minutos.

6. Se retiró la resina de intercambio iónico con un tamiz y se precipitaron los extractos en 3 volúmenes de alcohol isopropílico.

Determinación de las temperaturas de gelificación y fusión para carragenina.

35 La determinación de las temperaturas de gelificación y fusión de composiciones de carragenina se realizó usando una composición con la siguiente composición que incorpora carragenina:

Ingredientes	Gramos	%
Extracto de alga	0,48	0,96
Glicerina	3,00	6,00
Parabeno	0,05	0,10
Agua desmineralizada	33,75	67,50
Esencia de limón	1,25	2,50
Alcohol isopropílico	1,50	3,00
Cremophor RH 40	10,00	20,00
Peso neto	50,00	100,00

Esta composición se preparó como sigue:

1. Se mezclaron el agua, la glicerina y el parabeno.
- 5 2. Se dispersó el extracto de alga en esta mezcla y se agitó durante aproximadamente 60 minutos.
3. Se calentó la dispersión con agitación a 70 °C.
4. Se enfrió después la dispersión a 55-60 °C.
5. Se mezcló una preparación caliente (aproximadamente 50°C) de esencia de limón, alcohol isopropílico y Cremophor RH 40 en la dispersión enfriada.
- 10 6. Se ajustó el peso neto con agua caliente (aproximadamente 60°C) y se enfrió durante la noche a temperatura ambiente.

Se midieron las temperaturas de gelificación y fusión mediante barridos de temperatura en Haake RheoStress RS100, usando velocidades de enfriamiento y calentamiento de 1 °C/min. Se usó en general el siguiente programa, sin embargo, en algunos casos en que las temperaturas de gelificación y fusión fueron superiores; el programa se realizó a temperaturas de partida superiores y temperaturas finales inferiores:

1. 65 - 5 °C, 0,50 Pa, f=0,4640 Hz
2. 5-65 °C, 0,50 Pa, f=0,4640 Hz
3. La temperatura de gelificación se define como la temperatura durante el barrido de enfriamiento, donde el módulo elástico G' interseca con el módulo viscoso G".
- 20 4. La temperatura de fusión se define como la temperatura durante el barrido de calentamiento, donde el módulo elástico G' interseca con el módulo viscoso G".

### Ejemplos

- La invención se describirá ahora con más detalle con respecto a los siguientes ejemplos no limitantes que se realizaron con el equipo, materiales y métodos, descritos anteriormente.
- 25 25 El siguiente Ejemplo se refiere a los resultados obtenidos por tratamiento de *Eucheuma cottonii* y *Eucheuma Spinosum* por el método "tradicional" y los métodos de extracción "neutros". Se preparó material de carragenina adicional de acuerdo con las realizaciones exemplares sometiéndolo al procedimiento de intercambio iónico. Así, los resultados obtenidos de la carragenina tratada en un procedimiento de intercambio iónico se compararon con extracciones "tradicional" y "neutra" de la técnica anterior, comparativas.
  - 30 30 Ejemplo 1: Intercambio iónico de carragenina kappa tradicional y neutra.

En este ejemplo se extrajo *Eucheuma cottonii*, usando los respectivos métodos proporcionados anteriormente, para producir "Carragenina Kappa Tradicional" y "Carragenina Kappa Neutra". Se sometieron después a intercambio iónico disoluciones (disoluciones de carragenina al 2%) de estos extractos, usando el método proporcionado

anteriormente, con la resina de intercambio iónico catiónica ácida en forma sódica en concentraciones de 50 g/l, 100 g/l y 200 g/l (2,5 g/g de carragenina, 5 g/g de carragenina y 10 g/g de carragenina, respectivamente). Se precipitó cada una de las disoluciones de muestra en tres volúmenes de alcohol isopropílico al 100%, se secó durante la noche a 70°C y se molvió en tamiz de 0,250 mm. Se midieron el contenido en iones gelificantes, la temperatura de gelficación ( $T_G$ ) y la temperatura de fusión ( $T_M$ ) para cada muestra de control sometida a no intercambio iónico (identificado como 0 g/l) y muestra sometida a intercambio iónico. Los resultados se presentan en las Tablas 1 y 2, a continuación, así como en las Figuras 1-3.

5

Tabla 1

Efecto de intercambio iónico sobre contenido en cationes y  $T_G$  y  $T_M$  de "Carragenina Kappa Tradicional".

Material de intercambio iónico g/l de disolución al 2%	Tiempo Min	$T_G$ °C	$T_M$ °C	Na mg/g	K mg/g	Ca mg/g	Mg mg/g
0	0	37	62	9,50	49,40	20,20	0,36
50	30	19	26	49,30	17,80	0,22	0,10
100	30	17	24	53,80	9,20	0,13	0,10
200	30	11	23	55,70	4,90	0,09	0,09
Mezcla 1:1 de 0 y 100	5	28	47	28,50	29,20	9,10	0,21
1:1 (0, 100)	15	28	48	29,00	29,80	9,20	0,22
1:1 (0, 100)	30	28	47	29,20	29,50	9,20	0,21
1:1 (0, 100)	60	28	48	29,00	29,50	9,10	0,21
1:1 (0, 100)	1.020	28	48	28,90	29,50	9,20	0,21

10

Tabla 13

Efecto de intercambio iónico sobre contenido en cationes y  $T_G$  y  $T_M$  de "Carragenina Kappa Neutra".

Material de intercambio iónico g/l de disolución al 2%	Tiempo Min	$T_G$ °C	$T_M$ °C	Na mg/g	K mg/g	Ca mg/g	Mg mg/g
0	0	38	52	11,40	48,00	3,90	5,10
50	30	29	35	45,20	11,80	0,11	0,09
100	30	13	27	49,10	6,70	0,10	0,05
200	30	10	23	50,30	3,60	0,09	0,05
Mezcla 1:1 de 0 y 100	5	26	42	29,00	28,10	2,10	2,56
1:1 (0,100)	15	27	43	29,00	28,40	2,10	2,58
1:1 (0, 100)	30	26	43	29,00	28,00	2,00	2,56
1:1 (0, 100)	60	26	42	29,20	28,20	2,00	2,54
1:1(0,100)	1.055	26	42	30,10	29,00	2,10	2,59

15

Como se puede observar en las tablas anteriores y en la FIG. 1, poniendo en contacto las muestras de carragenina kappa con el material de intercambio iónico catiónico ácido en forma sódica, los geles preparados con carragenina Kappa tradicional y neutra presentaron  $T_G$  y  $T_M$  reducidas. Además, las  $T_G$  y  $T_M$  disminuyeron a medida que aumentaba la concentración de intercambio iónico, disminuyendo finalmente a medida que la concentración se aproximaba a 200 g/l. Para muestras de carragenina kappa tradicional, la  $T_G$  para las muestras sometidas a intercambio iónico osciló desde aproximadamente 10°C a aproximadamente 27°C y la  $T_M$  osciló desde

aproximadamente 23°C a aproximadamente 45°C. Para las muestras de carragenina kappa extraídas de manera neutra, la  $T_G$  para las muestras sometidas a intercambio iónico osciló desde aproximadamente 10°C a aproximadamente 35°C y la  $T_M$  osciló desde aproximadamente 23°C a aproximadamente 45°C.

- 5 Como se puede observar en las tablas anteriores y en las FIGS. 2 y 3, poniendo en contacto las muestras de carragenina kappa con el material de intercambio iónico catiónico ácido en forma sódica, el contenido en cationes gelificantes de la carragenina se redujo. Con la excepción de los iones sodio, los niveles de cada uno de los cationes disminuyeron a medida que aumentaba la concentración del material de intercambio iónico. Por el contrario, los niveles de sodio aumentaron con el intercambio iónico, como se esperaba para una resina de intercambio iónico en forma sódica. Para las muestras de carragenina kappa tradicional, el contenido en Potasio de las muestras sometidas a intercambio iónico osciló entre 5 y 30 mg/g, el contenido en Calcio de las muestras sometidas a intercambio iónico osciló entre 0 y 7 mg/g y el contenido en Magnesio de las muestras sometidas a intercambio iónico osciló entre 0 y 0,2 mg/g. Para las muestras de carragenina kappa neutras, el contenido en Potasio de las muestras sometidas a intercambio iónico osciló entre 4 y 30 mg/g, el contenido en Calcio de las muestras sometidas a intercambio iónico osciló entre 0 y 3 mg/g y el contenido en Magnesio de las muestras sometidas a intercambio iónico osciló entre 0 y 3 mg/g. Para todas las muestras, el contenido en catión disminuyó finalmente a aproximadamente una concentración de 70 g/l (basado en interpolación de los datos). En otras palabras, para carragenina kappa extraída de manera tradicional o de manera neutra, el nivel más bajo de cationes gelificantes se podía conseguir con una concentración de intercambio iónico de 70 g/l (3,5 g/g de carragenina) o superior.
- 10 Comparando los datos de carragenina kappa tradicional en la Tabla 1 y las FIGS. 1 y 2, de todos los cationes gelificantes, el contenido en potasio fue el más fuertemente correlacionado con la magnitud de las temperaturas de gelificación y fusión, en particular cuando la concentración de intercambio iónico es mayor que aproximadamente 50 g/l (2,5 g/g de carragenina). Asimismo, cuando se comparan los datos de carragenina kappa neutra en la Tabla 2 y las FIGS. 1 y 3, el contenido en potasio fue el más fuertemente correlacionado con la magnitud de las temperaturas de gelificación y fusión, en particular cuando la concentración de intercambio iónico es mayor que aproximadamente 50 g/l (2,5 g/g de carragenina).
- 15

#### Ejemplo 2: Mezclas de carragenina kappa.

Se prepararon mezclas para carragenina kappa tanto tradicional como neutra como sigue. Se preparó una mezcla de carragenina mezclando una carragenina kappa sometida a no intercambio iónico (indicado como 0 g/l) en una relación 1:1 con una carragenina kappa que fue sometida a intercambio iónico con 100 g/l de resina de intercambio iónico catiónica ácida en forma sódica (5 g/g de carragenina). Se prepararon las mezclas a 70 °C y se dejaron reposar a 70°C con agitación de 5 minutos a aproximadamente 1.000 minutos, tomando muestras periódicamente durante el procedimiento de mezclamiento. Cada una de las disoluciones de mezcla se precipitó en tres volúmenes de alcohol isopropílico al 100%, se secó durante la noche 70°C y se molió en un tamiz de 0,250 mm. Se midió el contenido en iones gelificantes, se midieron  $T_G$  y  $T_M$  para cada muestra de mezcla. Los resultados se explican en las Tablas 1 y 2, anteriormente, así como en las FIGS. 4-6.

30 Las FIGS. 4-6 muestran los resultados de mezclar una carragenina kappa sometida a no intercambio iónico con una carragenina kappa sometida a intercambio iónico. La FIG. 4 muestra la  $T_G$  y  $T_M$  en el tiempo para una mezcla 1:1 de extracto de carragenina kappa sometida a no intercambio iónico con extracto de carragenina kappa que fue sometida a la intercambio iónico a una concentración de resina de intercambio iónico de 100 g/l de resina de intercambio iónico (carragenina kappa tanto tradicional como neutra). Como se puede observar en la FIG. 4 en 15 minutos de mezclamiento de las dos fracciones de carragenina, la  $T_G$  y  $T_M$  de la mezcla fue aproximadamente el punto medio de la  $T_G$  y  $T_M$  de las fracciones de carragenina kappa individuales respectivas.

40 La FIG. 5 muestra la composición de catión gelificante con el tiempo para una mezcla 1:1 de extracto de carragenina kappa tradicional sometido a no intercambio iónico con extracto de carragenina kappa tradicional que fue sometido a intercambio iónico a una concentración de resina de intercambio iónico de 100 g/l. La FIG. 6 muestra la composición de cationes gelificantes con el tiempo para una mezcla 1:1 de extracto de carragenina kappa neutra sometida a no intercambio iónico con extracto de carragenina kappa neutra que fue sometida a intercambio iónico a una concentración de resina de intercambio iónico de 100 g/l. Aquí, los datos muestran que casi inmediatamente en el mezclamiento las dos fracciones de carragenina, la composición de cationes de la mezcla resultante fue aproximadamente el punto medio de la composición de cationes de las fracciones de carragenina kappa individuales respectivas.

#### Ejemplo 3: Intercambio iónico de carragenina iota tradicional y neutra.

45 En este ejemplo se extrajo *Eucheuma spinosum* usando los respectivos métodos proporcionados anteriormente, para producir "Carragenina Iota Tradicional" y "Carragenina Iota Neutra". Se sometieron después a intercambio iónico las disoluciones (disoluciones de carragenina al 2%) de estos extractos, usando el método proporcionado anteriormente, con concentraciones de resina de intercambio iónico catiónica ácida en forma sódica de 50 g/l, 100 g/l y 200 g/l (2,5 g/g de carragenina, 5 g/g de carragenina y 10 g/g de carragenina, respectivamente). Se precipitó cada una de las disoluciones de muestra en tres volúmenes de alcohol isopropílico al 100%, se secó durante la noche a 70°C y se molió en un tamiz de 0,250 mm. Se midieron el contenido en ión gelificante,  $T_G$  y  $T_M$  para cada muestra de

control de no intercambio iónico (identificado como 0 g/l) y muestra de intercambio iónico. Los resultados se presentan en las Tablas 3 y 4, a continuación, así como en las Figuras 7-9.

Tabla 3

Efecto de intercambio iónico sobre contenido en cationes y  $T_G$  y  $T_M$  de "Carragenina iota Tradicional"

Material de intercambio iónico g/l de disolución al 2%	Tiempo Min	$T_G$ °C	$T_M$ °C	Na mg/g	K mg/g	Ca mg/g	Mg mg/g
0	0	40	47	24,90	49,60	21,00	2,90
50	30	22	29	65,00	19,40	3,00	0,21
100	30	21	29	69,30	12,10	1,80	0,13
200	30	18	27	71,60	6,20	0,30	0,07
Mezcla 1:1 de 0 y 100	5	28	37	45,10	30,00	11,00	1,50
1:1 (0, 100)	15	30	38	44,60	29,50	10,90	1,50
1:1 (0, 100)	30	31	39	45,50	29,50	10,90	1,60
1:1 (0, 100)	60	29	38	45,90	29,50	10,80	1,60
1:1 (0, 100)	1.015	31	38	45,10	29,50	10,80	1,60

5

Tabla 15

Efecto de intercambio iónico sobre contenido en cationes y  $T_G$  y  $T_M$  de "Carragenina iota Neutra"

Material de intercambio iónico g/l de disolución al 2%	Tiempo Min	$T_G$ °C	$T_M$ °C	Na mg/g	K mg/g	Ca mg/g	Mg mg/g
0	0	25	38	22,00	53,90	6,30	7,40
50	30	10	19	64,30	19,40	0,20	0,22
100	30	5	17	69,60	12,30	0,10	0,12
200	30	5	17	73,40	6,30	0,08	0,07
Mezcla 1:1 de 0 y 100	5	14	23	45,20	32,60	3,40	3,90
1:1 (0, 100)	15	12	20	45,90	33,10	3,40	3,90
1:1 (0,100)	30	14	23	44,80	32,30	3,40	3,80
1:1 (0, 100)	60	12	20	46,00	33,10	3,40	3,90
1:1 (0, 100)	1.015	12	20	45,40	33,30	3,60	4,00

Como se puede observar en las tablas anteriores y en la FIG. 7, poniendo en contacto las muestras de carragenina iota con el material de intercambio iónico catiónico ácido en forma sódica, los geles preparados con carragenina iota tradicional y neutra presentaron  $T_G$  y  $T_M$  reducidas. Además, las  $T_G$  y  $T_M$  disminuyeron a medida que aumentaba la concentración de intercambio iónico, equilibrándose finalmente a medida que la concentración se aproximaba a 200 g/l (10 g/g de carragenina). Para muestras de carragenina iota tradicional, la  $T_G$  para las muestras sometidas a intercambio iónico osciló desde aproximadamente 18°C a aproximadamente 30°C y la  $T_M$  osciló desde aproximadamente 27°C a aproximadamente 37°C. Para las muestras de carragenina iota extraídas de manera neutra, la  $T_G$  para las muestras sometidas a intercambio iónico osciló desde aproximadamente 5°C a aproximadamente 17°C y la  $T_M$  osciló desde aproximadamente 17°C a aproximadamente 27°C.

Como se puede observar en las tablas anteriores y en las FIGS. 8 y 9, poniendo en contacto las muestras de

10

15

carragenina iota con el material de intercambio iónico catiónico ácido en forma sódica, el contenido en cationes gelificantes de la carragenina se redujo. Con la excepción de los iones sodio, los niveles de cada uno de los cationes disminuyeron a medida que aumentaba la concentración del material de intercambio iónico. Por el contrario, los niveles de sodio aumentaron con el intercambio iónico, como se esperaba para una resina de intercambio iónico en forma sódica. Para las muestras de carragenina iota tradicional, el contenido en Potasio de las muestras sometidas a intercambio iónico osciló entre 6 y 35 mg/g, el contenido en Calcio de las muestras sometidas a intercambio iónico osciló entre 0 y 13 mg/g y el contenido en Magnesio de las muestras sometidas a intercambio iónico osciló entre 0 y 2 mg/g. Para las muestras de carragenina iota neutras, el contenido en Potasio de las muestras sometidas a intercambio iónico osciló entre 4 y 35 mg/g, el contenido en Calcio de las muestras sometidas a intercambio iónico osciló entre 0 y 5 mg/g y el contenido en Magnesio de las muestras sometidas a intercambio iónico osciló entre 0 y 5 mg/g. Para todas las muestras, el contenido en catión se equilibró finalmente a aproximadamente una concentración de 70 g/l (basado en interpolación de los datos). En otras palabras, para carragenina iota extraída de manera tradicional o de manera neutra, el nivel más bajo de cationes gelificantes se podía conseguir con una concentración de intercambio iónico de 70 g/l (3,5 g/g de carragenina) o superior.

Comparando los datos de carragenina iota tradicional en la Tabla 3 en las FIGS. 7 y 8, de todos los cationes gelificantes, el contenido en potasio fue el más fuertemente correlacionado con la magnitud de las temperaturas de gelificación y fusión, en particular cuando la concentración de intercambio iónico es mayor que aproximadamente 50 g/l (2,5 g/g de carragenina). Asimismo, cuando se comparan los datos de carragenina iota neutra en la Tabla 4 y las FIGS. 7 y 9, el contenido en potasio fue el más fuertemente correlacionado con la magnitud de las temperaturas de gelificación y fusión, en particular cuando la concentración de intercambio iónico es mayor que aproximadamente 50 g/l (2,5 g/g de carragenina).

#### Ejemplo 4: Mezclas de carrageninas iota.

Se prepararon mezclas para carrageninas iota tanto tradicional como neutra como sigue. Se preparó una mezcla de carrageninas por mezclamiento de una carragenina iota sometida a no intercambio iónico (indicado como 0 g/l) en una relación 1:1 con una carragenina iota que fue sometida a intercambio iónico con 100 g/l de resina de intercambio iónico catiónica ácida en forma sódica (5 g/g de carragenina). Se prepararon las mezclas a 70 °C y se dejaron reposar a 70 °C con agitación de 5 minutos a aproximadamente 1.000 minutos, tomando periódicamente muestras durante el procedimiento de mezclamiento. Se precipitó cada una de las soluciones de muestra en tres volúmenes de alcohol isopropílico al 100%, se secó durante la noche a 70°C y se molió en un tamiz de 0,250 mm. Se midieron el contenido en ión gelificante,  $T_G$  y  $T_M$  para cada muestra de mezcla. Los resultados se presentan en las Tablas 3 y 4, anteriormente, así como en las Figuras 10-12.

Las FIGS. 10-12 muestran los resultados de mezclar una carragenina iota sometida a no intercambio iónico con una carragenina iota sometida a intercambio iónico. La FIG. 10 muestra la  $T_G$  y  $T_M$  a lo largo del tiempo para una mezcla 1:1 de un extracto de carragenina iota sometido a no intercambio iónico con extracto de carragenina iota que fue sometida a intercambio iónico a una concentración de resina de intercambio iónico de 100 g/l de resina de intercambio iónico (carrageninas iota tanto tradicional como neutra). Como se puede ver en la FIG. 10 en 15 minutos de mezclamiento de las dos fracciones de carragenina, la  $T_G$  y  $T_M$  de la mezcla fue aproximadamente el punto medio de las  $T_G$  y  $T_M$  de las fracciones de carragenina iota individuales respectivas.

La FIG. 11 muestra la composición de catión gelificante a lo largo del tiempo para una mezcla 1:1 de un extracto de carragenina iota tradicional sometida a no intercambio iónico con extracto de carragenina iota tradicional que fue sometida a intercambio iónico a una concentración de resina de intercambio iónico de 100 g/l. La FIG. 12 muestra la composición de catión gelificante a lo largo del tiempo para una mezcla 1:1 de un extracto de carragenina iota neutra sometida a no intercambio iónico con extracto de carragenina iota neutra que fue sometida a intercambio iónico a una concentración de resina de intercambio iónico de 100 g/l. Aquí, los datos muestran que casi inmediatamente en el mezclamiento de las dos fracciones de carragenina, la composición de cationes de la mezcla resultante fue aproximadamente el punto medio de la composición de cationes de las respectivas fracciones de carragenina iota individuales.

Los ejemplos previos ilustran diversos aspectos de la producción de carragenina en un procedimiento de intercambio iónico. Sin embargo, el tiempo durante el cual se han puesto en contacto las dos fracciones de carragenina en forma disuelta, no se controló estrechamente. Durante la preparación de las fracciones combinadas, se controló el tiempo de contacto, pero el tiempo de contacto durante la preparación de las muestras de ambientadores en gel, el tiempo de contacto durante el enfriamiento y el tiempo de contacto antes de que se midieran las muestras de ambientador en gel, no se controlaron de manera específica y han variado desde unas horas a varios días. Así, no se determinó como de rápido encontraron el equilibrio los iones en las dos fracciones de carragenina, en el nivel molecular.

#### Ejemplo 5: Mezclas de carrageninas iota tradicional.

En este experimento, se prepararon dos fracciones de "carragenina iota tradicional" para formar preparaciones de ambientadores en gel individuales a 70 °C. Una fracción no fue sometida a intercambio iónico mientras la otra fracción fue sometida a intercambio iónico con 100 g/l de material de intercambio iónico catiónico ácido en forma sódica (5 g/g de carragenina). Estas preparaciones de ambientador en gel separadas se mezclaron después a 60 °C

y se transfirieron inmediatamente al reómetro y se midieron. El tiempo que transcurrió desde el mezclamiento de las dos fracciones de ambientador en gel y el momento en que se inició la medición fue menor que 5 minutos. Los resultados se presentan en la Tabla 5 a continuación y en la FIG. 14.

Tabla 5

- 5 Efecto de la relación de mezcla sobre  $T_G$  y  $T_M$  de mezcla de carragenina iota tradicional.

% Carragenina intercambio iónico (100 g/l)	% Carragenina No intercambio iónico (0 g/l)	$T_G$ °C	$T_M$ °C
0	100	40	47
25	75	34	42
50	50	28	36
75	25	25	33
100	0	21	29

Como se puede observar a partir de los datos anteriores y la FIG. 14, para mezclas de carragenina iota tradicional sometida a intercambio iónico y no sometida a intercambio iónico, hay una relación lineal entre la concentración de las fracciones de carragenina individuales y las temperaturas de gelificación y de fusión. A una relación de 1:1, las temperaturas de gelificación y de fusión son idénticas a las de la Tabla 3.

- 10 Ejemplo 6: Mezclas de carrageninas iota secas en agua y aceite.

En el siguiente experimento, se mezclaron mezcla secas de las mismas dos fracciones de carragenina iota tradicional que se usaron para generar los resultados del Ejemplo 5 y se combinaron con agua y aceite, como sigue. En la primera muestra, se mezclaron 0,2 g del material no sometido a intercambio iónico con 0,12 g del material sometido a intercambio iónico y dispersado en una fase acuosa. Tan pronto como se dispersó apropiadamente el material, se calentó la dispersión a 70 °C, se enfrió a 60 °C y se añadió a una fase oleosa caliente a 50 °C. Durante el calentamiento, se observó que tenía lugar reducción a aproximadamente 35 - 40 °C. La mezcla se enfrió a 45 °C y se vertió inmediatamente en el reómetro. El tiempo desde el comienzo de la dispersión al comienzo de la medición fue 16 minutos. La  $T_G$  y  $T_M$  para la primera muestra se muestran gráficamente en la FIG. 15.

- 20 En la segunda muestra, se mezclaron 0,12 g del material no sometido a intercambio iónico, 0,12 g del material sometido a intercambio iónico y dispersado en una fase oleosa a 50°C. Se añadió después una fase acuosa caliente a 70 °C a la fase oleosa y se mezcló durante 1 minuto. Se transfirió inmediatamente la muestra al reómetro. El tiempo desde la dispersión al comienzo de la medición fue 5 minutos. La  $T_G$  y  $T_M$  para la segunda muestra se muestran gráficamente en la FIG. 15.

- 25 Los resultados demuestran que se pueden mezclar en seco fracciones de carragenina con diferentes  $T_G$  y  $T_M$  y aún obtener el mismo resultado, es decir, obtener un gel de carragenina con  $T_G$  y  $T_M$  que estén entre la  $T_G$  y  $T_M$  de las fracciones de carragenina individuales. En este ejemplo, después de mezclar fracciones secas de carragenina iota y disolver tales mezclas secas en la fase acuosa o dispersar primero tales mezclas secas en la fase oleosa, la  $T_G$  y  $T_M$  del gel resultante se encontraron entre la  $T_G$  y  $T_M$  de las fracciones de carragenina individuales. El mezclamiento en seco de las carrageninas es beneficioso debido a que puede ser más fácil proporcionar mezclas secas personalizadas de fracciones de carrageninas.

Ejemplo 7: Intercambio iónico de extracto de algas.

- 35 En los ejemplos anteriores, el intercambio iónico tuvo lugar en carragenina disuelta. Sin embargo, en producción comercial, el intercambio iónico tendría lugar típicamente sobre un extracto de carragenina de alga. En este ejemplo, se preparó un extracto de alga de carragenina kappa neutra y se sometió al procedimiento de intercambio iónico, de acuerdo con el método descrito anteriormente. Comparado con los experimentos usando carragenina disuelta, los experimentos con extracto de alga usaron agua y alcohol de la planta de producción. Tanto el agua como el alcohol de la planta contienen típicamente más cationes que el agua desmineralizada del laboratorio y alcohol no rectificado.

- 40 Los contenidos en cationes gelificantes se midieron para estas muestras de carragenina kappa extraída de manera neutra. Los resultados para muestras precipitadas usando alcohol isopropílico al 80% y 100% (de la planta) se muestran en la Tabla 6 a continuación y en la FIG. 16.

Tabla 18

Efecto de intercambio iónico sobre extracto de alga de carragenina kappa extraída de manera neutra.

Muestra	% IPA en precipitación	Material de intercambio iónico g/l de disolución al 2%	K Mg/g	Na Mg/g	Ca Mg/g	Mg Mg/g
1	80	0	35,8	19,7	3,3	6,2
2	80	100	8,2	51,7	0,15	0,13
3	80	150	5,6	53,1	0,08	0,08
4	100	0	37	21,5	3,2	6
5	100	100	7,7	55,2	0,12	0,1
6	100	150	5	56,2	0,03	0,07

- Como cuestión inicial, los resultados muestran que la carragenina kappa extraída de manera neutra no sometida a intercambio iónico de extracto de alga presentaba un contenido en cationes mayor que el de las muestras de carragenina kappa neutras preparadas con carragenina disuelta. Sin desear estar limitados por la teoría, se cree que esto es debido, al menos en parte, a una carga mayor de cationes en el agua y alcohol usados en la producción comercial. Los niveles de sodio y potasio para las muestras precipitadas con IPA al 100% fueron ligeramente mayores que los niveles de sodio y potasio para muestras precipitadas con IPA al 80%.
- Como se puede ver en la Tabla 6 y la FIG. 16, poniendo en contacto la carragenina kappa extraída de manera neutra con el material de intercambio iónico catiónico ácido en forma sódica, el contenido de cationes gelificantes de la carragenina se redujo (similar al resultado observado con la carragenina disuelta). Con la excepción de los iones sodio, los niveles de cada uno de los cationes disminuyeron a medida que aumentaba la concentración del material de intercambio iónico. Por el contrario, los niveles de sodio aumentaron con la concentración aumentada de material de intercambio iónico, como se esperaba para una resina de intercambio iónico en forma sódica. Además, el contenido en cationes gelificantes a diferentes cantidades de material de intercambio iónico y a diferentes porcentajes de alcohol durante la precipitación.
- Este ejemplo muestra que cuando se somete a intercambio iónico un extracto de carragenina, la cantidad de material de intercambio iónico puede tener que ser aumentada cuando se compara con la necesaria para carragenina disuelta. Por interpolación de los datos en la FIG. 16, parece que el contenido en potasio se niveló a un contenido mínimo a una concentración de intercambio iónico de aproximadamente 120 g/l (para una disolución al 2% o 6 g/g de carragenina). Parece que el contenido en calcio y magnesio se niveló a un contenido mínimo a una concentración de intercambio iónico de aproximadamente 100 g/l (5 g/g de carragenina). Parece que el contenido en sodio se niveló a un contenido máximo a aproximadamente 120 g/l (6 g/g de carragenina). En comparación, para las muestras de carragenina kappa neutra disuelta en el Ejemplo 1, la composición de cationes gelificantes se niveló a una concentración de material de intercambio iónico de aproximadamente 70 g/l (3,5 g/g de carragenina). Sin desear estar ligados a ninguna teoría particular, esta diferencia se puede explicar, en parte, por la mayor carga de cationes en el extracto no sometido a intercambio iónico y una mayor carga de cationes en el agua y el alcohol usados en la producción comercial.
- Se apreciará por los expertos en la materia que se podían realizar cambios a las realizaciones descritas anteriormente sin apartarse del amplio concepto inventivo de las mismas. Se entiende por lo tanto que esta invención no está limitada a las realizaciones particulares descritas, sino que se desea cubrir las modificaciones dentro del espíritu y el alcance de las realizaciones ejemplares como se define por las reivindicaciones adjuntas.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Una composición que comprende una carragenina iota que ha sido sometida a un procedimiento de intercambio iónico, en la que la carragenina iota comprende: un contenido en potasio de aproximadamente 6 mg/g a aproximadamente 35 mg/g de carragenina; un contenido en calcio menor que aproximadamente 13 mg/g de carragenina y un contenido en magnesio menor que aproximadamente 5 mg/g de carragenina.
- 10 2. La composición según la reivindicación 1, en la que la carragenina iota es carragenina extraída de manera tradicional y presenta una temperatura de gelificación de entre aproximadamente 18°C y aproximadamente 30°C y una temperatura de fusión de entre aproximadamente 27°C y aproximadamente 37°C.
- 15 3. La composición según la reivindicación 1, en la que la carragenina iota es carragenina extraída de manera neutra y presenta una temperatura de gelificación de entre aproximadamente 5°C y aproximadamente 17°C y una temperatura de fusión de entre aproximadamente 17°C y aproximadamente 27°C.
- 20 4. El uso de la carragenina según las reivindicaciones 1-3, en un producto para el cuidado personal, un producto alimenticio, un producto doméstico o un producto farmacéutico.
- 25 5. Un procedimiento para producir una composición de carragenina sometida a intercambio iónico de acuerdo con las reivindicaciones 1-4, que comprende las etapas de: extraer un material de partida de carragenina con una disolución de tratamiento acuosa para formar un extracto de carragenina iota; poner en contacto el extracto de carragenina con un material de intercambio iónico catiónico ácido y reducir el contenido de cationes del extracto de carragenina para producir un extracto de carragenina sometido a intercambio iónico.
- 30 6. El procedimiento según la reivindicación 5, en el que la etapa de puesta en contacto incluye disolver el extracto de carragenina en agua para formar una disolución de extracto y añadir el material de intercambio iónico a la disolución de extracto a un primer nivel de concentración, siendo el primer nivel de concentración igual a o menor que aproximadamente 200 g de material de intercambio iónico por litro de disolución de extracto.
7. El procedimiento según la reivindicación 5, que comprende la etapa de mezclar el extracto de carragenina sometido a intercambio iónico con un segundo extracto de carragenina sometido a intercambio iónico que: (1) es un extracto de carragenina iota o kappa y (2) se ha tratado con un material de intercambio iónico catiónico ácido a un segundo nivel de concentración que es diferente del primer nivel de concentración.
8. El procedimiento según las reivindicaciones 5-7, en el que el primer nivel de concentración es aproximadamente 1,25 g/g de carragenina a aproximadamente 10 g/g de carragenina.
9. El procedimiento según las reivindicaciones 5-8, en el que la etapa de puesta en contacto lleva de aproximadamente 5 a aproximadamente 30 minutos.

FIG. 1

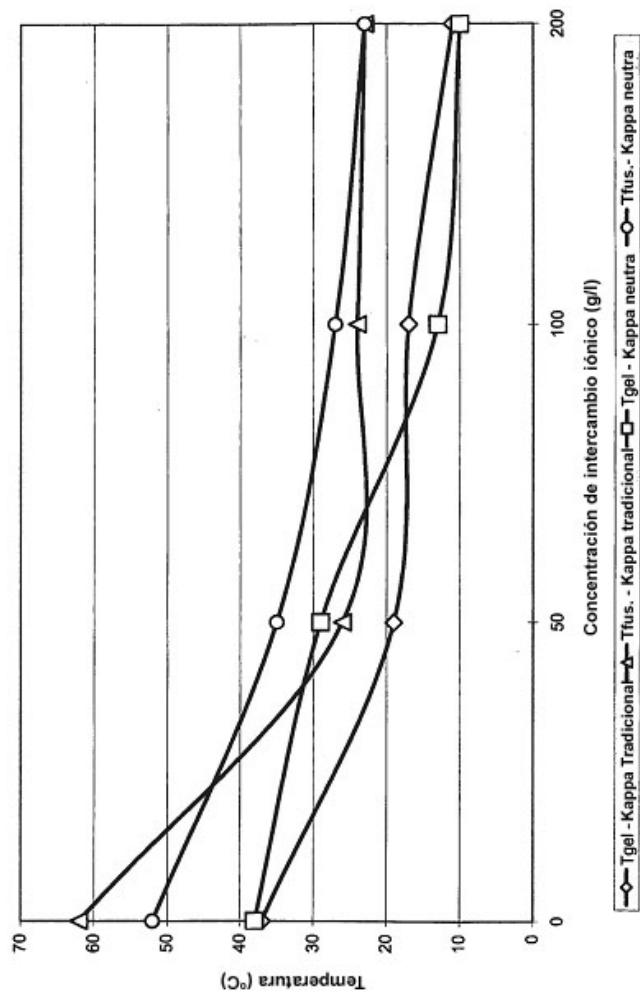


FIG. 2

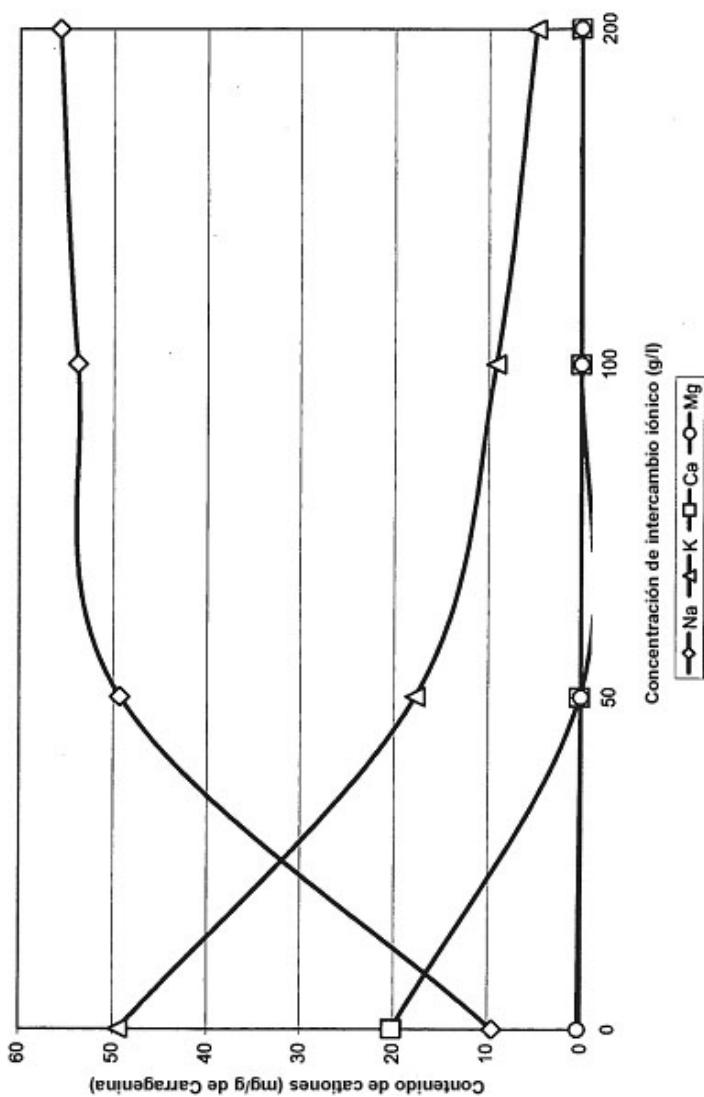


FIG. 3

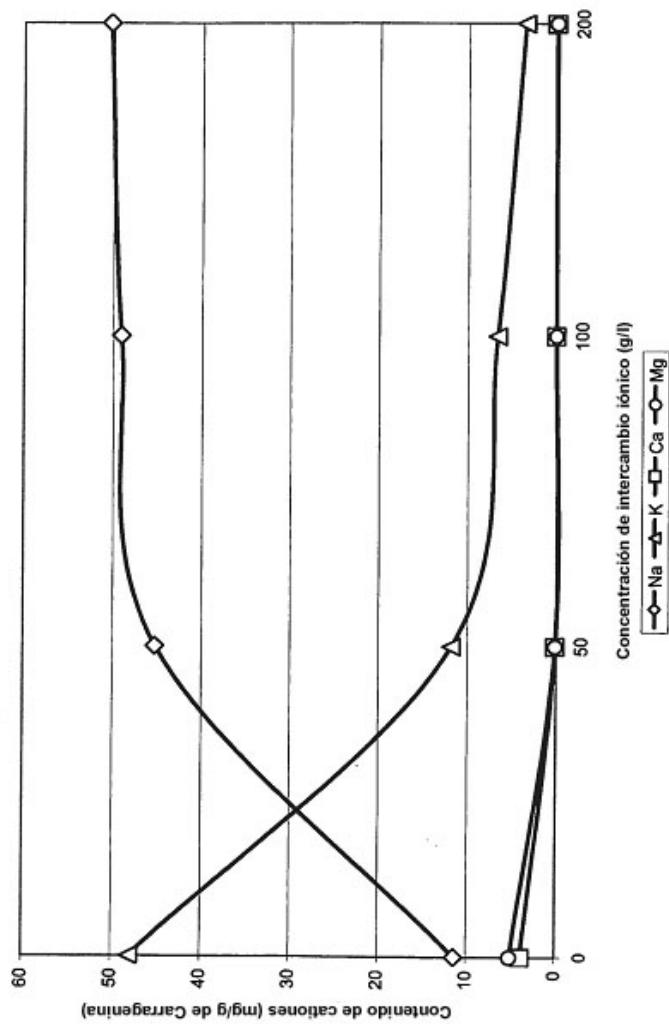


FIG. 4

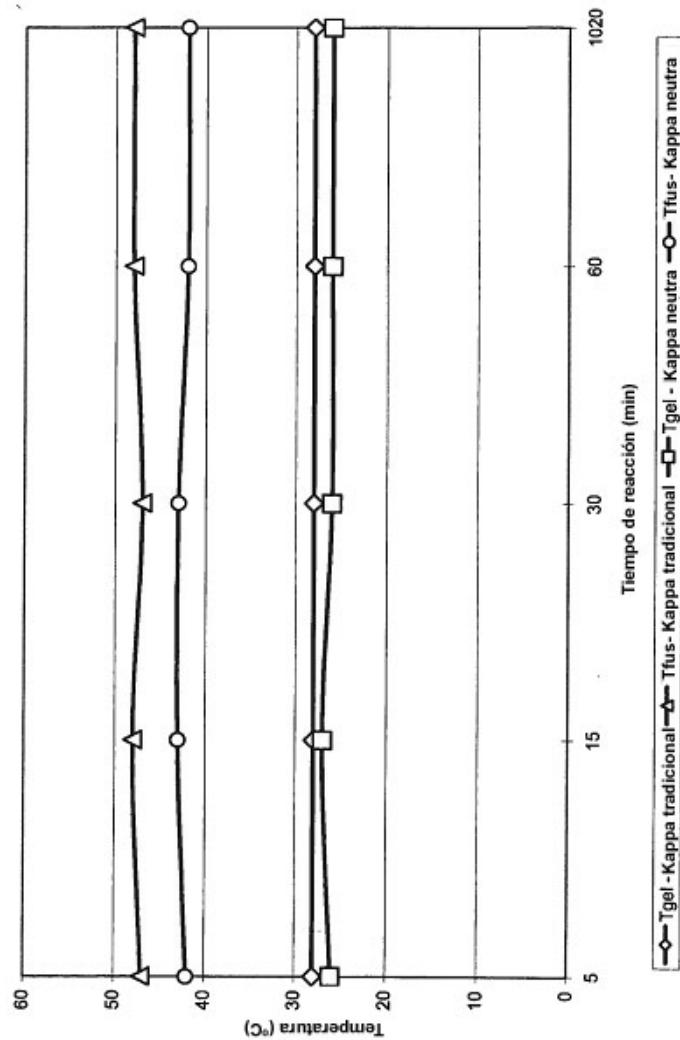


FIG. 5

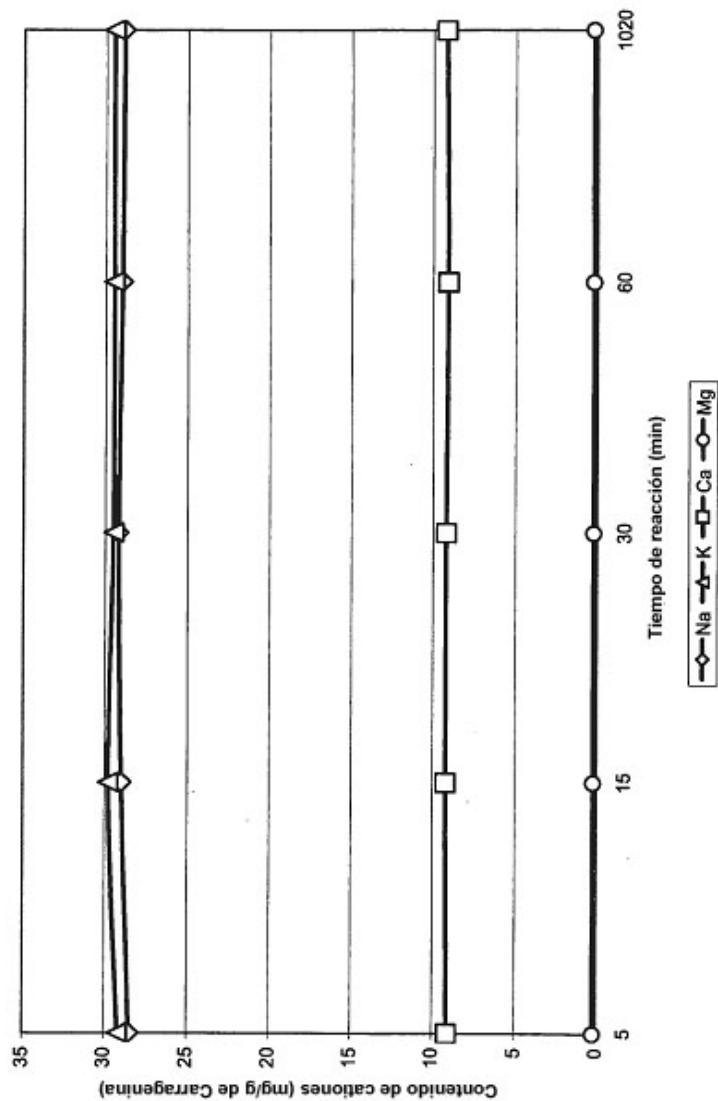


FIG. 6

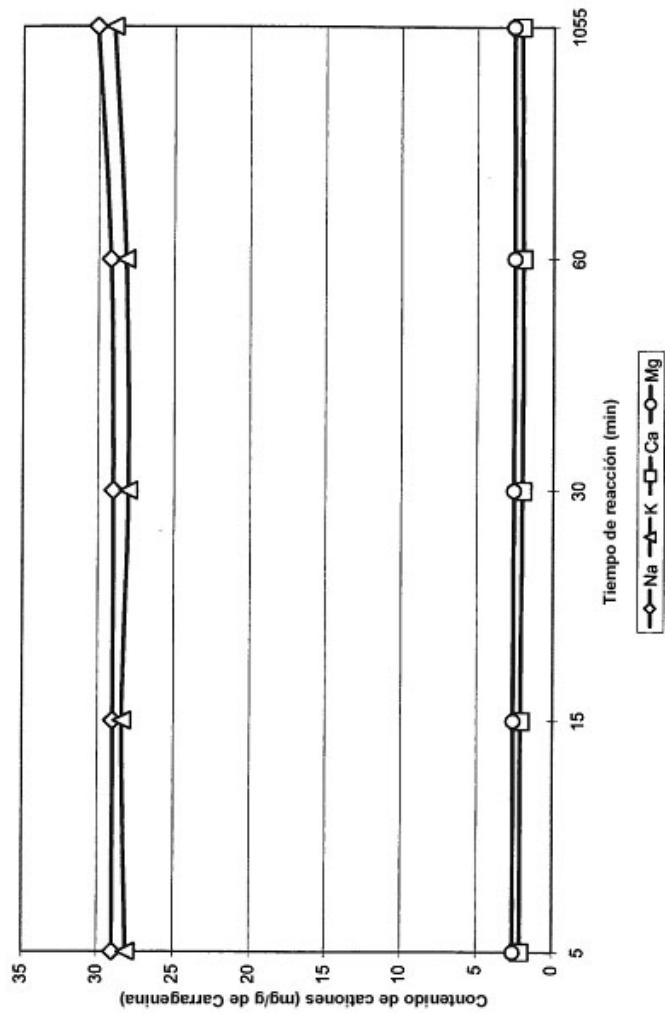


FIG. 7



FIG. 8

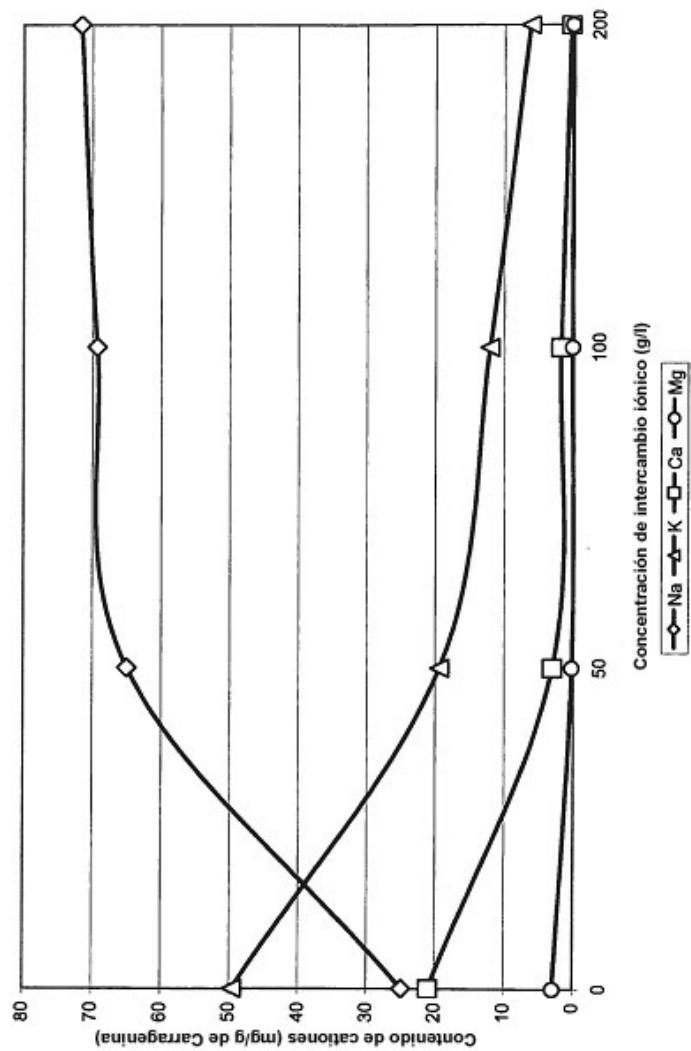


FIG. 9

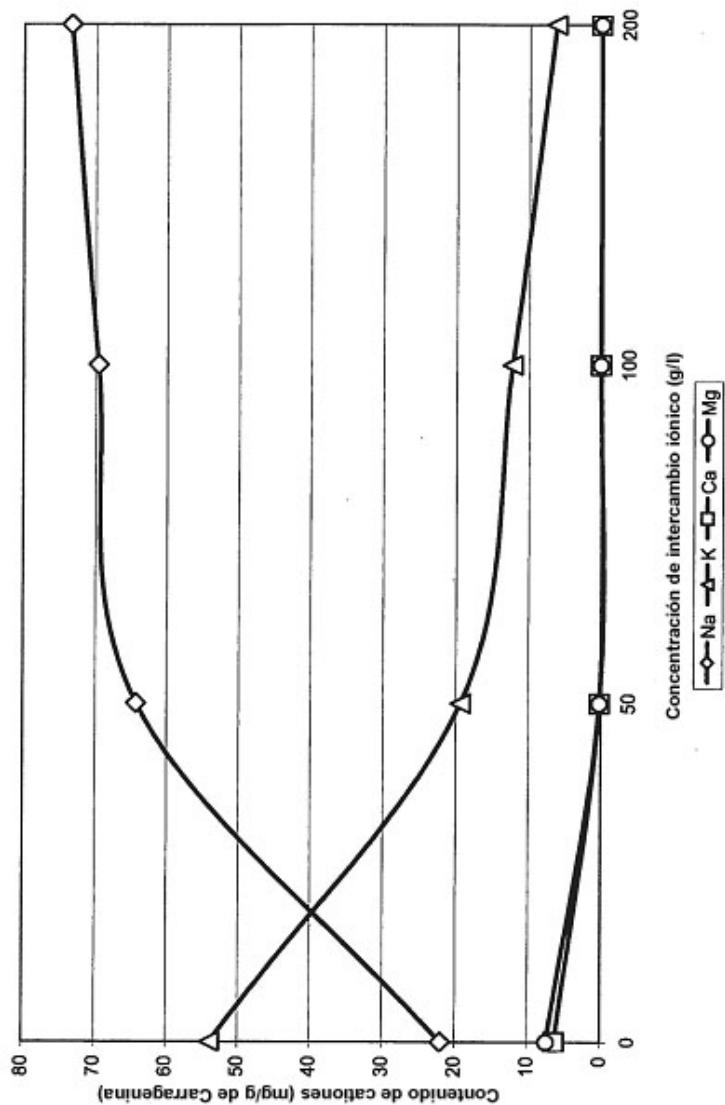


FIG. 10

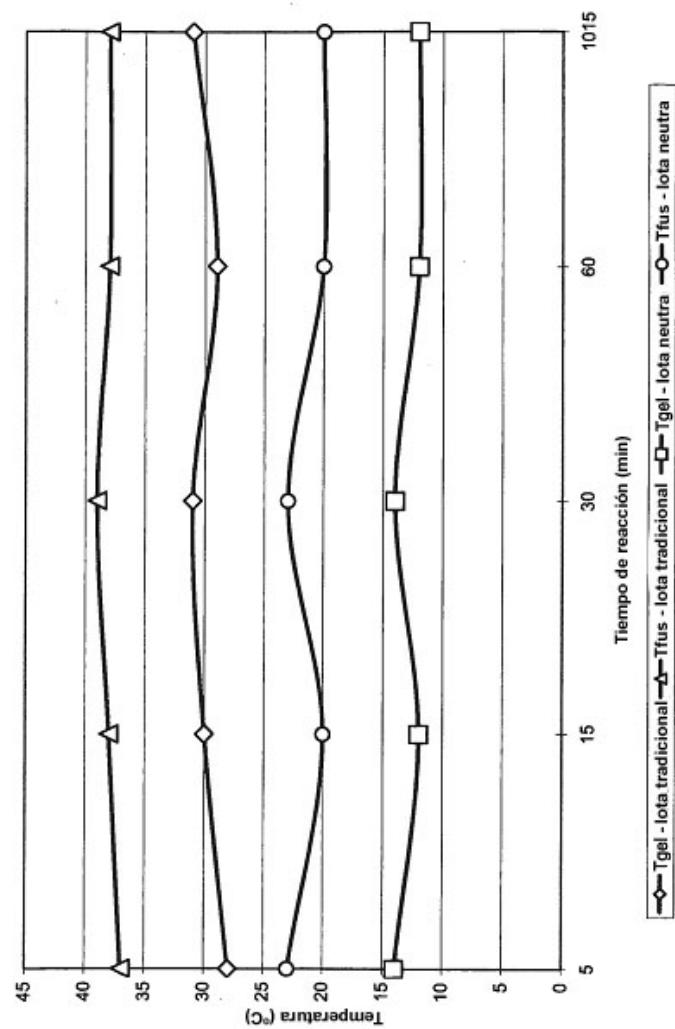


FIG. 11

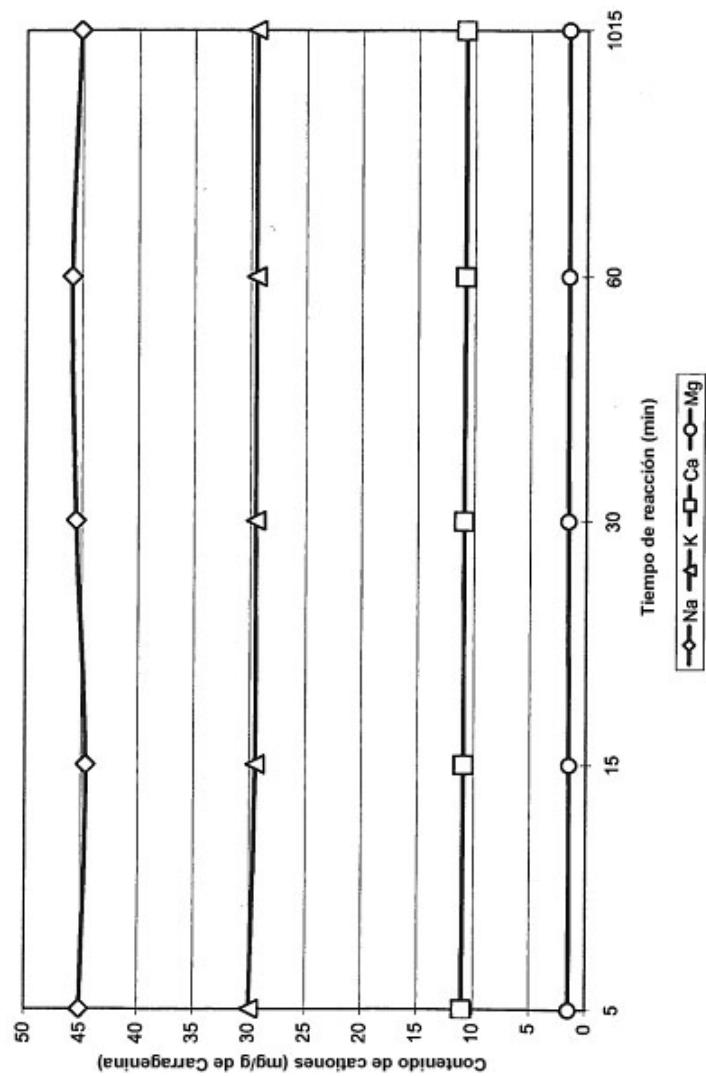


FIG. 12

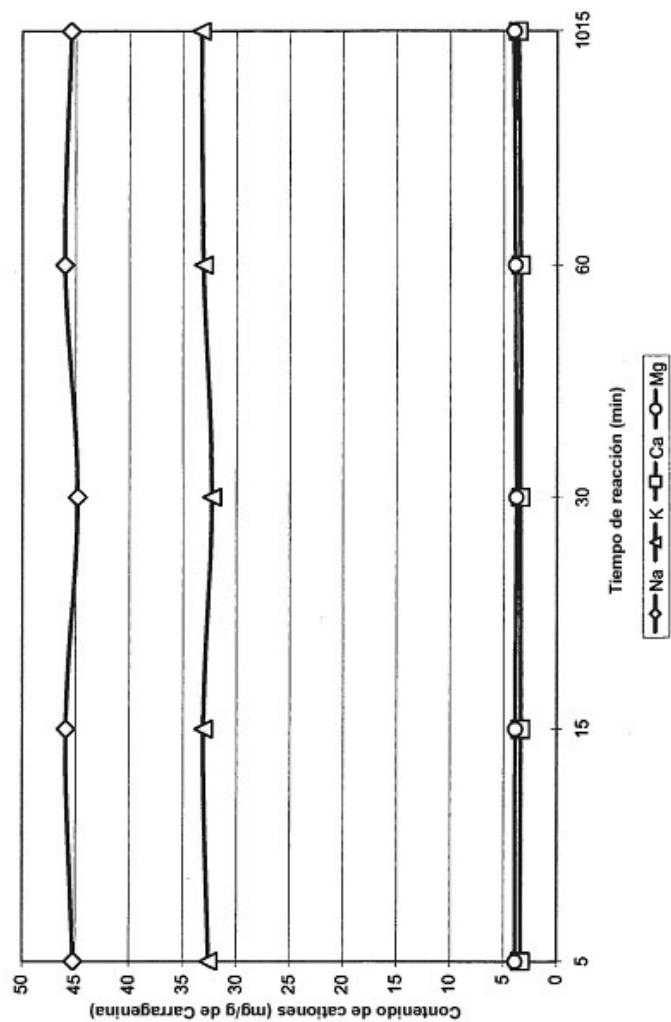


FIG. 13

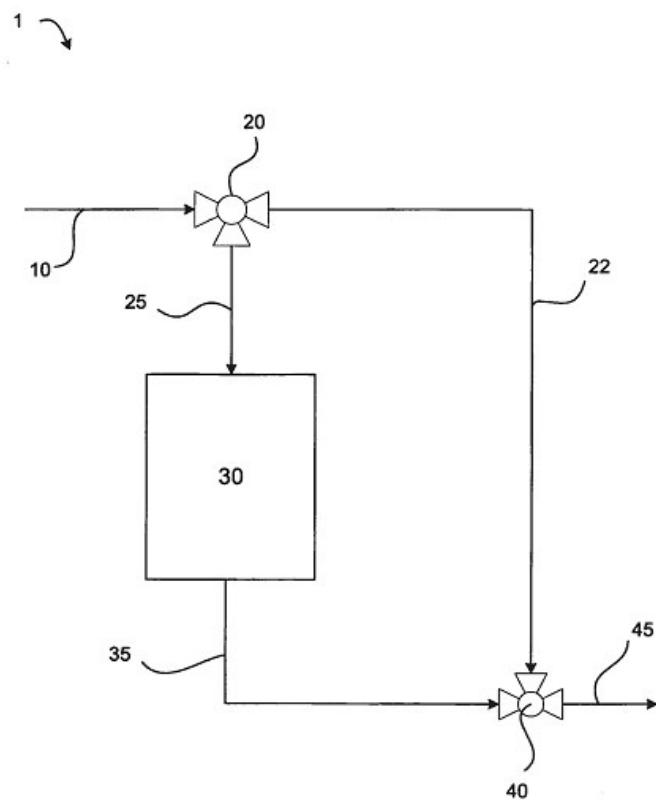


FIG. 14

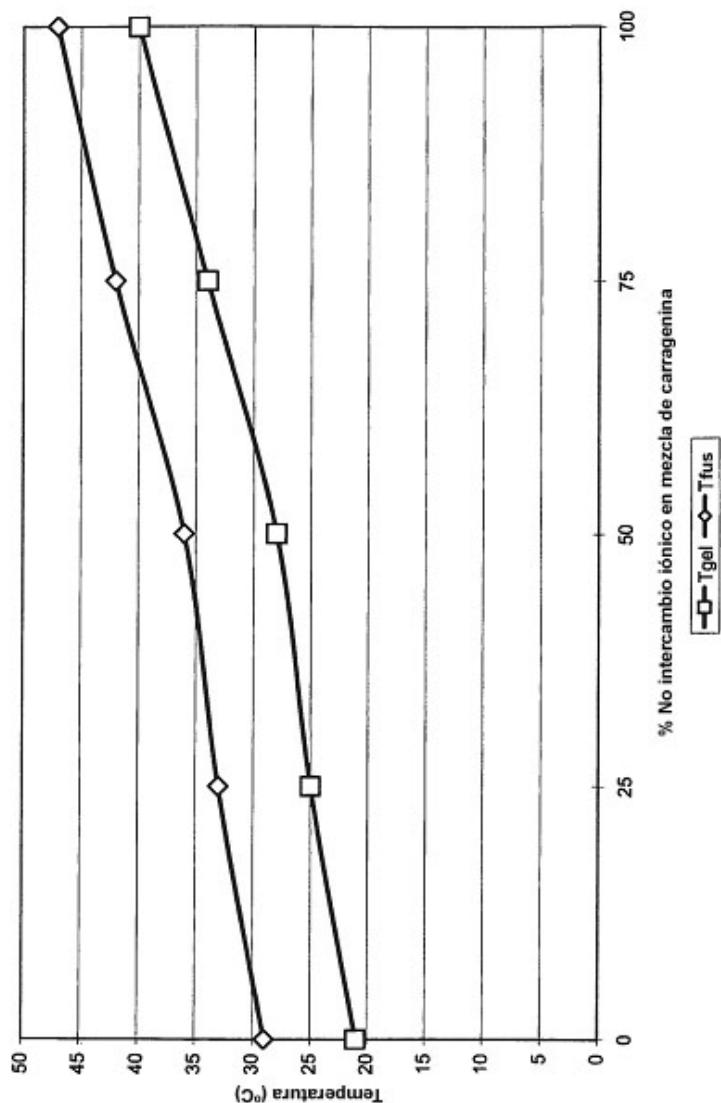


FIG. 15

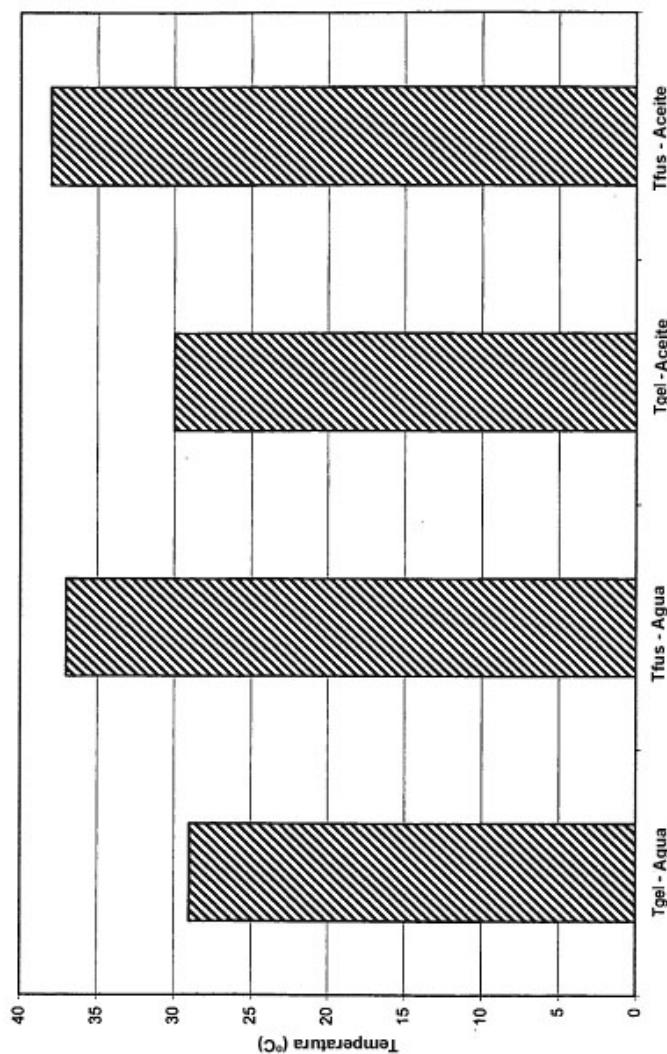


FIG. 16

