



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 274 885**

51 Int. Cl.:
A23L 1/222 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **01932016 .7**

86 Fecha de presentación : **28.05.2001**

87 Número de publicación de la solicitud: **1292199**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **19.03.2003**

54

Título: **Proceso para la producción de sabores de aceite cítrico lavado.**

30

Prioridad: **05.06.2000 US 586754**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.06.2007

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.06.2007

73

Titular/es: **Firmenich S.A.**
1, route des Jeunes, P.O. Box 239
1211 Geneva 8, CH

72

Inventor/es: **Skiff, Ronald, Harry**

74

Agente: **Torner Lasalle, Elisabet**

ES 2 274 885 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

Proceso para la producción de sabores de aceite cítrico lavado.

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a la industria del sabor. Más en particular hace referencia a un proceso para producir un sabor de aceite cítrico lavado, que comprende el tratamiento de un aceite cítrico con una mezcla de glicol de propileno y un alcohol de C₁ a C₄. La invención también se refiere a bebidas claras aromatizadas con aceites lavados cítricos lavados tal y como se formula en los procesos de la invención.

Antecedentes de la invención

La importancia en la industria del sabor de varios aceites cítricos ha resultado en una investigación intensiva dirigida hacia los métodos de procesamiento, a los análisis de la composición, a la calidad y a la utilización.

Los datos de la composición detallados que hacen referencia a los aceites cítricos importantes comercialmente se pueden encontrar en varias revisiones. Se han descrito listas extensivas de varios compuestos químicos identificados como componentes de los aceites de naranja, pomelo, mandarina, linón, y lima.

Las características del sabor de los aceites cítricos son una función de las propiedades de ciertos componentes identificados en los aceites. Además, la d-limonena, que es el componente principal presente en los aceites cítricos, actúa como transportador del sabor para otros compuestos oxigenados principalmente responsables de las características del sabor cítrico.

La forma de extracción a partir de un aceite cítrico de los compuestos oxigenados que son responsables del sabor cítrico es por lo tanto de un gran interés para la industria del sabor. Se sabe bien en el campo que los agentes del sabor se pueden preparar mediante la extracción a partir de aceites plegados los compuestos oxigenados deseados en un perfil de sabor extraído o lavado.

La formulación de los sabores de aceites lavados descrita en el estado de la técnica utiliza agua o glicol de propileno como solventes para la extracción de compuestos de sabores útiles a partir de un aceite cítrico. Por ejemplo, la patente US 3,809,757 describe la preparación de un extracto de sabor a partir de aceite de naranja mediante extracción selectiva, utilizando glicol de propileno y un solvente de hidrocarburo.

La calidad de un extracto o un lavado se caracteriza principalmente por la selectividad de los compuestos extraídos. El objetivo buscado en la industria del sabor cuando se formula un lavado a partir de un aceite cítrico, es en consecuencia obtener selectivamente los compuestos de sabor cítrico claves, es decir, los compuestos oxigenados como neral, geranial, acetato de neral, acetato de geranial, decanal, nootcatona, etc.

Otros requerimientos como la claridad o el flash point son necesarios para obtener un producto de aceite lavado optimizado.

Descripción de la invención

Ahora, somos capaces de encontrar un nuevo proceso para la preparación de un sabor de aceite cítrico lavado, combinando glicol de propileno normalmente utilizado para la extracción de compuestos oxigenados, con un alcohol de C₁ a C₄. Este proceso hace posible obtener un lavado selectivo sorprendentemente de compuestos de sabor claves presentes en un aceite cítrico, que además presenta los requerimientos de calidad y seguridad necesarios para este producto. La presente invención en consecuencia hace referencia a un proceso para producir un sabor de aceite cítrico lavado, que comprende tratar un aceite cítrico con una mezcla de glicol de propileno y un alcohol de C₁ a C₄. En un ejemplo de realización preferido el alcohol se selecciona del grupo que consiste en etanol e isopropanol.

El proceso de la invención de forma ventajosa permite obtener sabores de aceites lavados cítricos que presentan la claridad, el flash point y los objetivos de niveles de uso requeridos en el campo. Los lavados obtenidos mediante el proceso de acuerdo con la invención presentan un flash point superior a 100°F (38°C) (es decir, pertenecen a los líquidos de clase D), cortan claro en agua y presentan un perfil limpio y brillante con el indicio de sabor de fruta de 0,05 a 0,2%, preferentemente a un nivel de uso del 0,1%. Además, los análisis de los sabores de aceite cítrico lavados formulados respectivamente con y sin el uso de un alcohol de C₁ a C₄, claramente indica que los lavados producidos con el uso de algunos alcoholes son superiores a aquellos hechos con glicol de propileno por si solo. Este resultado se demostrará en las tablas comparativas de más abajo, en el caso del etanol.

De forma inesperada, y además del hecho que los alcoholes de C₁ a C₄ padecen del del punto de vista de su bajo flash point, ahora hemos sido capaces de optimizar la formulación de aceites lavados cítricos utilizando el alcohol en el nivel correcto para extraer los compuestos oxigenados mientras presenta las limitaciones del flash point.

ES 2 274 885 T3

La proporción de alcohol utilizado en la mezcla de extracción con glicol de propileno puede variar en algunos rangos de valores. Normalmente puede estar comprendido entre el 3 y el 10% y normalmente se encuentra comprendido entre el 5 y el 7% del peso total de la composición que comprende el aceite cítrico, el glicol de propileno y el alcohol.

5 Tal y como se ha mencionado anteriormente, entre los alcoholes de C_1 a C_4 , se prefieren el etanol y el isopropanol.

El producto de partida para el proceso de la invención puede ser cualquier aceite cítrico disponible comercialmente, en la forma de un aceite presionado frío, o un aceite plegado, por ejemplo. Los ejemplos no limitantes de aceites cítricos que se pueden utilizar para el proceso de la invención incluyen limón, bayas, naranja, pomelo, mandarina,
10 lima, quinoto, mandarán, bergamota y otros aceites esenciales o sus mezclas.

La selectividad del sistema de extracción se puede demostrar mediante la comparación entre los lavados cítricos hechos con un poco de etanol, y sabores de aceite lavado hechos con el 75% de glicol de propileno: 25% de aceite de
15 sabor, es decir, libres de etanol.

Las siguientes tablas comparen los lavados obtenidos con glicol de propileno combinados con etanol, y aquellos obtenidos con glicol de propileno por sí solo.

20 La Tabla 1 muestra los resultados para un lavado de limón mientras que la Tabla 2 muestra los resultados para un lavado de pomelo.

25 (Tabla pasa a página siguiente)

30

35

40

45

50

55

60

65

ES 2 274 885 T3

TABLA 1

Compuestos	Porcentaje		
	Aceite de Limón*	Lavado de limón -83% PG -6% EtOH -11% Aceite	Lavado de Limón -75% PG -25% Aceite
Felandreno	0,75	0,39	0,36
α Pinena	3,32	2,10	1,52
Camfena	0,17		
Sabinena		2,30	1,80
β Pinena	19,68	16,10	10,43
Mircena	2,45	1,56	1,61
Limonena	52,70	56,41	57,26
Ifocimena	0,48	0,37	0,42
γ -Terpinena	10,67	8,43	7,86
α -Terpinolena	0,67	0,56	0,53
Nonanal	0,27	0,29	0,15
Linalol	0,11	0,23	1,84
Citronelal	0,11		
α -Terpineol	0,22	0,35	3,31
Decanal	0,12		
Neral	1,53	0,61	0,68
Geranial	2,49	0,59	0,30
Undecanal	<0,05		
Acetato de citronelilo	0,06		
Acetato de nerilo	1,25	1,14	0,66
Acetato de geranilo	0,75	0,60	0,30
Cariofilena	0,46		
Neral/pg acetal		1,48	2,31
A sesquiterpena	0,70		
Neral/pg acetal		0,95	1,50
Geranial/pg acetal		3,29	4,23
Geranial/pg acetal		2,26	2,92
β -Bisabolena	1,00		

* Origen: Firmenich Citrus Center, Florida, U.S.A.

ES 2 274 885 T3

TABLA 2

Compuestos	Porcentaje		
	<u>Aceite de Pomelo*</u>	<u>Lavado de pomelo</u> -83% PG -6% EtOH -11% aceite	<u>Lavado de Pomelo</u> -75% PG -25% Aceite
α -Pinena	0,52	2,08	
Sabinena	0,31		
Mircena	2,51		
Limonena	75,04	80,55	
Ifocimena	0,51	0,71	
Nonanal	0,35	0,39	
Linalol	0,68	0,85	
Óxido de Limonena	0,31		
Citronelal	0,51		
α -Terpineol	2,13	2,51	39,74
Decanal	2,62	3,14	
Acetato de octilo	0,58	0,47	
Neral	0,40		
Geranial	0,47		
Acetato de nerilo	0,08		
Acetato de geranilo	0,37		
α -Copaena	0,96		
β -Cubebena	0,89		
Cariofilena	2,60	0,84	
α -Humulena	0,43		
Pg acetal	0,90		
δ -Cadinena	0,88		
Nootkatona	2,86	3,40	
α -Coumarin	0,69	2,10	60,26
α -Benzopiranona	3,31	2,05	

* Origen: Firmenich Citrus Center, Florida, U.S.A.

ES 2 274 885 T3

Se puede concluir fácilmente a partir de los resultados descritos en las tablas anteriores que el uso de un poco de etanol es ventajoso para extraer los compuestos de sabor claves (es decir, compuestos oxigenados como neral, geranial, acetato de neral, acetato de geranial, decanal, nootkatone, etc.) a partir de aceite cítrico.

5 La invención también hace referencia a un método para impartir, mejorar, realzar o modificar las propiedades del sabor de una composición de sabor de un producto con sabor, que comprende añadir a dicha composición o producto un sabor de aceite lavado cítrico producido mediante el proceso de la invención.

10 Otro objetivo de la invención es una composición con gusto o un producto con gusto como una bebida clara que comprende un sabor de aceite lavado cítrico como ingrediente de sabor activo, la proporción de este siendo comprendida entre 0,05 y 0,2% del peso total de la composición o del producto.

15 La invención ahora se ilustrará en más detalle a través de los siguientes ejemplos dónde las temperaturas se indican en grados centígrados y las abreviaciones tienen el significado usual en el campo.

Ejemplos de realización de la invención

Ejemplo 1

20 *Procedimiento general de procesamiento para producir un sabor de aceite lavado cítrico*

- Enciende la refrigeración a -8 °
- Añade la cantidad deseada del aceite de sabor para mezclar el tanque a aproximadamente 10-12° de temperatura
- Añade la cantidad deseada de alcohol para mezcla el tanque a aproximadamente 10-12° de temperatura
- Mezcla el aceite y el alcohol con agitación fuerte durante 20 minutos (ajusta la agitación para evitar las burbujas de aire)
- Apaga la agitación
- Añade la cantidad deseada de glicol de propileno para mezclar el tanque a 2° de temperatura

35 La temperatura del contenido del tanque debe estar entre 19-23°

- Enciende la agitación y mezcla de forma fuerte, sin incorporar aire a la solución, durante 20 minutos
- Baja la agitación a 10-15 rpm
- Enciende la sobrecubierta de refrigeración del tanque de mezclado
- Enfría durante aproximadamente una hora sin bajar la agitación (i.e. 10-15 rpm). Apaga la agitación cuando la temperatura alcance los 0-5°
- Continúe enfriando el contenido del tanque durante 3 horas adicionales hasta aproximadamente -2 a 0° sin agitación
- Enciende el enfriamiento sobre la sobrecubierta del tanque de producto combinado
- Combina el contenido del tanque a través de filtros de pall cinco y un micrones a una velocidad de aproximadamente 2,6-3,0 kg/min. (De forma opcional: el producto se puede centrifugar a través de una centrífuga Westfalia. Se prefiere una centrifugación líquido-líquido). Decanta los contenidos en un tanque de producto combinado durante 2 horas a de -2 a 0°.
- Enciende el refrigerante a la sobrecubierta del tanque del producto final
- El producto es claro en las aplicaciones de bebidas, desde 0,05 a 0,2% nivel de uso a 3°

60 *Producción de Sabor*

Una vez la formulación del producto y los procedimientos de procesados se identificaron, los siguientes sabores se produjeron, con una mezcla de glicol de propileno y etanol:

- Sabor de lima natural *
- Sabor de pomelo rosa natural *

ES 2 274 885 T3

- Sabor de pomelo natural *
- Sabor de naranja natural *
- 5 - Sabor de limón natural *

*origen del aceite: Firmenich Citrus Center, Florida, U.S.A.

10 La Tabla 3 muestra la formulación de los lavados cítricos.

TABLA 3

	LIMA	POMELO ROSA	POMELO	NARANJA	LIMÓN
15					
20	Glicol de Propileno [%]	83,3	83,3	83,3	83,3
25	Agua Desionizada [%]	0	0	0	0
30	Etanol [%]	6,3	6,3	6,3	6,3
35	Nivel de aceite [%]	10,4	10,4	10,4	10,4
40	Flash point [°F]	100	111	102	102

45 Los sabores de aceite obtenidos se evaluaron de forma exitosa en un test a ciegas, mediante un panel de expertos en el campo del sabor y se compararon con los lavados correspondientes obtenidos por extracción, siguiendo el método descrito anteriormente, pero utilizando sólo el 75% de glicol de propileno y el 25% de aceite de sabor. El panel indica una preferencia sistemática para los lavados citados en la Tabla 3, las propiedades organolépticas de los cuales se juzgaron de forma superior a aquellos de los sabores de aceite lavados obtenidos sin etanol.

50 Este resultado confirmó el análisis de GC/MSD de los lavados de limón y pomelo descritos respectivamente en las Tablas 1 y 2.

55

60

65

ES 2 274 885 T3

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un proceso para producir un sabor de aceite de lavado cítrico, que comprende tratar el aceite cítrico con una mezcla de glicol de propileno y un alcanol de C₁ a C₄.
2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, dónde el alcanol se selecciona del grupo que consiste en etanol e isopropanol.
- 10 3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, que presenta un flash point superior a 100°F.
4. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, dónde el aceite cítrico se selecciona entre el grupo que consiste en limón, bayas, naranja, pomelo, mandarina, lima, kumquat, mandarín, bergamota, o sus mezclas.
- 15 5. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en qué del 5 al 15% del aceite cítrico se tratan con del 75 al 90% de glicol de propileno y del 3 al 10% de alcanol.
6. Un sabor de aceite lavado cítrico obtenible mediante el proceso de acuerdo con la reivindicación 1.
- 20 7. Un método para impartir, mejorar, realzar o modificar las propiedades del sabor de una composición con gusto o un producto con gusto, que comprende añadir a dicha composición o producto un sabor de aceite lavado de acuerdo con la reivindicación 6.
8. Una composición con gusto o un producto con gusto que comprende un sabor de aceite de lavado cítrico de acuerdo con la reivindicación 6 como ingrediente de sabor.
- 25 9. Una composición con gusto o un producto con gusto de acuerdo con la reivindicación 8, en qué la proporción del sabor de aceite de lavado cítrico se encuentra entre el 0,05 y 0,2% del peso total de la composición o producto.
- 30 10. Una bebida clara que comprende un sabor de aceite de lavado cítrico de acuerdo con la reivindicación 6 como agente de sabor.
11. Una bebida clara de acuerdo con la reivindicación 10, saboreada con de 0,05 a 0,2% del sabor de aceite de lavado cítrico de acuerdo con la reivindicación 6.

35

40

45

50

55

60

65