

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 530 946**

51 Int. Cl.:

**A23L 1/221** (2006.01)

**A23L 2/56** (2006.01)

**A23G 1/00** (2006.01)

**A23G 1/30** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.06.2012 E 12728604 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.01.2015 EP 2723194**

54 Título: **Método para producir un líquido acuoso aromatizado**

30 Prioridad:

**22.06.2011 EP 11171079**

**22.06.2011 US 201161499778 P**

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

**09.03.2015**

73 Titular/es:

**NESTEC S.A. (100.0%)**

**Avenue Nestlé 55**

**1800 Vevey, CH**

72 Inventor/es:

**RYAN, ANGELA;**

**CAVINATO, MAURO y**

**TAYLOR, JONATHAN**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

**ES 2 530 946 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

Método para producir un líquido acuoso aromatizado

## 5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un método para producir un líquido que está aromatizado con compuestos aromáticos derivados del cacao o productos a base de cacao, por ejemplo, compuestos aromáticos derivados de polvo de cacao, cacao licor, o de reacción formados durante la producción de chocolate y compuesto chocolate. El líquido aromatizado resultante puede, por ejemplo, utilizarse para modificar o mejorar el perfil de sabor de chocolate líquido, un compuesto de chocolate líquido, o un líquido acuoso que, por ejemplo, se utiliza en la fabricación de polvos solubles para la preparación de bebidas de chocolate instantáneo.

## 15 Antecedentes

Los aromas son una parte importante del licor de cacao y por lo tanto de cualquier producto que contenga cacao o chocolate. El perfil del aroma depende de la variedad y origen del cacao, pero también del tratamiento adicional, en particular la etapa de conchado, que es muy difícil de controlar. Adicionalmente, los aromas que se originan a partir del polvo de cacao o el licor de cacao, aromas procedentes de la leche en polvo, que se utiliza como un ingrediente en el chocolate líquido, y aromas procedentes de diversos productos de reacción generados durante la fabricación de chocolate líquido juegan un papel importante en el perfil del aroma o sabor final de productos basados en cacao tales como compuesto de chocolate o chocolate (por ejemplo, donde la manteca de cacao es parcialmente/totalmente reemplazada por equivalentes conocidos de manteca de cacao (CBE) o sucedáneos de la manteca de cacao (CBS). Para la percepción de los consumidores el perfil aromático es obviamente muy importante. Durante el procesamiento habitual del chocolate, puede suceder que se pierdan compuestos volátiles que serían deseables en el producto final.

En la producción de café soluble se sabe que para recuperar aromas de café que se desprenden durante el procesamiento del polvo de café soluble y para reincorporar estos aromas, por ejemplo, en extracto de café concentrado antes de secar en un polvo de café soluble. Los aromas de café pueden ser recuperados en varios puntos durante procesamiento, por ejemplo, al extraer el aroma de café tostado y molido antes de la extracción. El documento WO 01/13735 describe un método para recuperar aroma de café de café molido que comprende la humectación, el calentamiento y liberación del aroma de los granos de café que exponen el café molido a una disminución de presión. Los compuestos del aroma de café liberados por este tratamiento a continuación se recuperan. El documento EP 1069830 (nota: patente ENGRANAJE) describe un método que comprende proporcionar una mezcla de café tostado y molido y extraer el aroma de esta mezcla mediante el uso de un gas para proporcionar un gas aromatizado. En ambos métodos los compuestos aromáticos son liberados del café tostado y molido en una fase gaseosa a partir de donde se recoge. Este flujo de gas se compone de gases previamente atrapados en el café tostado (principalmente dióxido de carbono), y posiblemente aire o vapor arrastrado. La recuperación de aroma procedente del gas se consigue normalmente por condensación del aroma a baja temperatura, por ejemplo, por condensación criogénica. La condensación criogénica es cara y además no conduce a una recuperación completa de todos los compuestos de aroma del café de alta volatilidad. Existe una necesidad de mejorar la recuperación de compuestos aromáticos con una alta volatilidad y reducir los costes y la complejidad sin someter el gas que contiene el aroma a temperaturas elevadas que podrían dar lugar a la degradación de los compuestos del aroma.

El documento JP-A-61/108351 describe un método para producir un líquido aromatizado al (a) proporcionar un gas que comprende aroma de cacao y agua, y (b) condensar este gas para producir una fase acuosa de líquido aromatizado y una fase gaseosa. El componente aromatizante vaporizado condensado se puede utilizar para preparar una bebida de cacao y productos de confitería.

## 50 Resumen de la invención

Los inventores han observado que un gas que comprende un aroma derivado de cacao o productos a base de cacao, y el agua puede condensarse para producir una fase gaseosa y una fase acuosa líquida. La fase gaseosa que comprende compuestos aromáticos puede ser presurizada en presencia de un líquido de absorción que lleva a la transferencia de compuestos aromáticos desde la fase gaseosa al líquido de absorción para producir un líquido aromatizado. En este proceso, el aumento de temperatura que normalmente tendría lugar durante una presurización se evita mediante el efecto de enfriamiento del líquido, y la recuperación de compuestos aromáticos altamente volátiles se mejora en comparación con los métodos de la técnica anterior.

Por lo tanto, la presente invención se refiere a un método para la producción de un líquido aromatizado, comprendiendo el método: a) proporcionar un gas que comprende aroma derivado de cacao o productos a base de cacao, y agua; b) condensar el gas que comprende el aroma y agua, para proporcionar una fase acuosa líquida y

una fase gaseosa; y c) someter la fase gaseosa obtenida en la etapa b) para la presurización en presencia de un líquido de absorción para producir un líquido aromatizado.

5 El producto a base de cacao utilizado para la obtención de aromas puede ser, por ejemplo, chocolate líquido o un compuesto de chocolate líquido, y en este caso el aroma puede proceder de diferentes ingredientes del chocolate líquido o compuesto de chocolate, y no necesariamente del propio cacao.

Breve descripción de las figuras

10 La Figura 1 ilustra esquemáticamente un compresor de anillo para líquidos.  
 La Figura 2 ilustra un ejemplo de un proceso para producir un chocolate líquido o compuesto de chocolate líquido.  
 La Figura 3 muestra un GC-MS de un líquido aromatizado que excita el compresor de anillo para líquidos en el ejemplo 1.

15

Descripción detallada de la invención

La figura 2 ilustra un ejemplo de un método de acuerdo con la presente invención.

20 En el ejemplo ilustrado en la figura 2, chocolate líquido o un compuesto de chocolate líquido se somete, en primer lugar, a una o más etapas de pre-tratamiento que incluyen el procesamiento de los ingredientes tales como el tostado, el mezclado, el refinamiento o conchado.

25 Según la presente invención, en una etapa posterior se proporciona un gas que comprende un aroma de cacao o un producto a base de cacao - por ejemplo, chocolate líquido o un compuesto de chocolate líquido y agua.

30 En lo que sigue solamente se hará referencia como "chocolate líquido", aunque debe tenerse en cuenta que esto cubre en el presente contexto el chocolate líquido, así como cualquier tipo de compuestos de chocolate líquido. También hay que señalar que el aroma también se puede derivar directamente de cacao, por ejemplo, durante o después del tostado.

35 En el caso donde se utiliza el chocolate líquido, un compuesto de chocolate líquido, u otro producto a base de cacao líquido, el aroma se puede obtener del chocolate líquido por cualquier método adecuado. Varios de estos métodos son bien conocidos por el experto en la materia. Preferentemente, el gas que comprende aroma se obtiene al extraer chocolate líquido u otro producto a base de cacao para obtener un gas que contiene el aroma.

40 Esta operación se puede realizar en una o más etapas. Se puede realizar actuando sobre la presión, preferiblemente utilizando una presión comprendida entre 0,1-3 bar, y/o aumentando la superficie de contacto de líquido - gas con el fin para mejorar la transferencia de los volátiles desde la fase líquida a la fase de gaseosa. La fase gaseosa puede estar compuesta, ya sea de: (a) aire seco o (b) vapor. El aire seco puede ser utilizado con éxito para extraer el agua y los volátiles del líquido. También puede ser utilizado el vapor para extraer compuestos volátiles y a continuación pueden condensarse fácilmente en una unidad curso abajo. Además, el uso de vapor puede evitar la oxidación de algunos compuestos sensibles. Puede utilizarse como unidad de separación cualquier máquina que crea una superficie de contacto gas-líquido superior, mejora así la transferencia de masa de los volátiles.

45

50 El gas que comprende el aroma y agua se condensa para proporcionar una fase acuosa líquida y una fase gaseosa. La condensación se puede lograr por cualquier medio adecuado, pero por lo general se conseguirá mediante la reducción de la temperatura del gas de manera que una fase acuosa de líquido se condensa a partir del gas que comprende el aroma y el agua. La temperatura empleada, por ejemplo, dependerá de la presión en el sistema y el contenido de humedad del gas que comprende el aroma y el agua. Por lo general, el gas que comprende el aroma y el agua se condensará a una temperatura entre 0 a 90°C, tal como entre 0 y 40°C, tal como entre 5 y 30°C, o entre 5 y 20°C. La presión estará habitualmente entre 0,1 y 3 bares de presión absoluta, tales entre 0,2 y 2 bares de presión absoluta, o entre 0,3 y 1 bar de presión absoluta. Puede utilizarse cualquier condensador adecuado conocido en la técnica. En una realización preferida de la invención, el gas que contiene el aroma y el agua no está sometido a condiciones de temperatura y presión en el que el agua estará en la fase sólida (hielo). En otra forma de realización preferida, el gas que comprende el aroma y el agua está sometido a una temperatura mínima por encima de 0°C durante el proceso.

60 El condensado puede ser simplemente almacenado para su uso adicional, o puede opcionalmente ser tratado para eliminar compuestos aromáticos no deseados (etapa de proceso adicional no mostrada en la figura 2).

65 La fase gaseosa obtenida por la condensación del gas que comprende aroma y agua está sometida a presurización en presencia de un líquido de absorción para producir un líquido acuoso aromatizado (etapa 3) en la figura 2. Al someter a presurización se entiende que la presión se incrementa en comparación con la presión durante la etapa de condensación. Preferiblemente, la presión se incrementa hasta un valor entre 1 y 20 bares de presión

- absoluta, tal como entre 2 y 15 bares de presión absoluta, o entre 2 y 8 bares de presión absoluta, durante la etapa de presurización. La presurización se lleva a cabo en presencia de un líquido de absorción. Por esto se entiende que la fase gaseosa está en contacto con un líquido de absorción durante la presurización. La presurización en presencia de un líquido de absorción da lugar a la transferencia de compuestos aromáticos a partir de la fase gaseosa en el líquido de absorción para producir un líquido aromatizado, y al mismo tiempo el líquido de absorción puede absorber el calor creado durante la presurización del gas, evitando así que la temperatura aumente tanto como hubiera sido el caso si la fase gaseosa fuese presurizada sin un líquido de absorción presente. En una realización preferida, la relación en peso de líquido de absorción en la fase gaseosa durante la presurización está entre 1:1 y 10.000:1, tal como entre 3:1 y 5000:1. El líquido de absorción puede ser un líquido acuoso o una grasa líquida. Será elegido en base a su polaridad y pH con el fin de eliminar selectivamente los compuestos aromáticos con una alta volatilidad. En el caso donde se ha utilizado un chocolate líquido para obtener el aroma, pero también en general cuando el líquido final es para ser mezclado con chocolate líquido, el líquido de absorción se elige preferentemente entre los diferentes ingredientes de un compuesto de chocolate o chocolate líquido original (por ejemplo, agua, manteca de cacao). Chocolate líquido como tal también puede utilizarse. Otros líquidos adecuados que podrían ser utilizados son las grasas (por ejemplo, grasas vegetales), aceites y disolventes de sabor tal como propileno glicol. Para minimizar la degradación de compuestos aromáticos, la fase gaseosa se somete preferiblemente a una temperatura máxima por debajo de 60°C, tal como por debajo de 50°C, o por debajo de 30°C.
- La presurización se puede realizar en una o más etapas. Tener varias etapas con diferentes valores de temperatura / presión, y / o el uso de diferentes líquidos de absorción permite que puedan obtenerse varios líquidos aromatizados que contienen diferentes compuestos de aroma de ese modo a partir de esta etapa de presurización. Estos pueden entonces ser, por ejemplo, selectivamente reintroducidos en el chocolate líquido inicial o en otro producto alimenticio.
- La presurización se puede realizar en cualquier contenedor o aparato adecuado. La superficie de contacto entre la fase gaseosa y el líquido acuoso y el tiempo de contacto debería ser suficiente para permitir la transferencia eficaz de compuestos aromáticos de la fase gaseosa a la fase líquida acuosa y permitir que la temperatura se mantenga dentro del intervalo deseado. La temperatura durante la presurización puede, por ejemplo, mantenerse a un nivel deseado mediante la circulación del líquido acuoso a través de un dispositivo de refrigeración para eliminar el calor generado por la presurización de la fase gaseosa. Como ya se mencionó, el líquido de absorción presente durante la presurización puede ser cualquier líquido adecuado, tal como por ejemplo agua o manteca de cacao. En una realización preferida el líquido presente durante la presurización comprende toda o una parte de la fase líquida acuosa obtenida por la condensación del gas que comprende el aroma y el agua. De esta manera, la fase del líquido acuoso condensado que ya puede comprender componentes de aroma de chocolate con una baja o media volatilidad se condensó junto con el agua durante la etapa de condensación, puede ser aromatizada aún más por la transferencia de compuestos aromáticos altamente volátiles desde la fase gaseosa, de modo que tanto el aroma condensado durante la etapa de condensación como el aroma transferido desde la fase gaseosa durante la etapa de presurización pueden ser utilizados.
- En una realización preferida, la presurización en presencia de un líquido de absorción se lleva a cabo en un líquido compresor de anillo. Un compresor de anillo para líquidos comprime un gas mediante la rotación de una excéntrica impulsora por paletas en una carcasa cilíndrica. El líquido de absorción se introduce en la bomba y, por la aceleración centrífuga, forma un anillo cilíndrico que se mueve en el interior de la carcasa. Este anillo líquido crea una serie de cierres en el espacio entre las paletas impulsoras, que forman cámaras de compresión. La excentricidad entre el eje de rotación de la turbina y el eje geométrico de la carcasa da lugar a una variación cíclica del volumen cerrado por las paletas y el anillo del líquido acuoso. La fase gaseosa se introduce en la bomba a través de un puerto de entrada en un extremo de la carcasa, donde el volumen de las cámaras de compresión formadas por las paletas impulsoras y el anillo líquido es el más grande y el gas queda atrapado en las cámaras de compresión. La reducción del volumen provocada por la rotación del impulsor comprime el gas, y el gas comprimido sale del compresor en un puerto de descarga en el otro extremo de la carcasa donde el volumen de las cámaras de compresión es el más pequeño. La función de un compresor de anillo para líquidos se ilustra en la figura 1. Para el control de la temperatura en el compresor de anillo para líquidos, el líquido de absorción se hace circular preferiblemente a través de un intercambiador de calor externo. Un sistema de compresor de anillo para líquidos puede funcionar de forma continua. Pueden utilizarse dos o más compresores de anillo para líquidos que funcionen en serie. Cuando la fase del líquido acuoso obtenida por la condensación del gas que comprende el aroma y el agua se utiliza como el líquido de absorción en un compresor de anillo para líquidos, esta fase líquida puede estar además aromatizada y, al mismo tiempo utilizarse como el líquido de servicio y de refrigeración del compresor de anillo líquido. La fase gaseosa que sale del compresor de anillo para líquidos puede arrastrar un poco de líquido. Este líquido puede ser separado del gas e introducirse de nuevo en la fase líquida.
- Tal como se muestra esquemáticamente en la figura 2, el líquido aromatizado obtenido puede ser además limpiado, es decir, refinado para obtener el sabor característico adecuado (cf. Etapa 4) en la figura 2). Esta etapa es opcional, y pueden utilizarse diversas tecnologías para extraer los compuestos aromáticos no deseados o seleccionar específicamente los compuestos aromáticos deseados. Por ejemplo, tecnologías de separación, tales como la separación por membrana, puede aplicarse al líquido obtenido para refinar su composición, y concentrar los

compuestos de aroma deseable, por ejemplo, recogiendo o eliminando selectivamente algunos compuestos aromáticos o la neutralizando de ácido y sabores no deseados.

5 En el caso donde el líquido que se ha usado como un líquido de absorción no es, o al menos en parte no deseado en el producto final, tiene que ser separado del líquido aromatizado obtenido en una etapa del proceso adicional (cf. etapa 5) en la figura 2). Esto es, por ejemplo, habitual en el caso cuando se demanda agua como el líquido de absorción, ya que la presencia de agua en el chocolate no es deseado.

10 El líquido aromatizado obtenido, o componentes de aroma seleccionados de éste en el caso de una limpieza adicional o etapas de separación como se ha expuesto anteriormente, se pueden utilizar inmediatamente, por ejemplo, al mezclarlo con el chocolate líquido inicial o compuesto de chocolate líquido, tal como se muestra en la figura 2 (cf. La etapa 6). De acuerdo con una realización preferida de la invención, se utiliza un mezclador en línea para esta etapa de mezclado.

15 Si no se utiliza inmediatamente, el líquido acuoso aromatizado puede ser almacenado preferiblemente bajo presión hasta ser utilizado. Puede utilizarse cualquier presión adecuada, por ejemplo, en el rango entre 1 y 20 bares de presión absoluta. Preferiblemente la presión de almacenamiento es la misma que la presión en el compresor.

20 El método de la presente invención puede ser utilizado en la producción de chocolate, compuesto de chocolate o cualquiera de los productos alimenticios basados o que contengan chocolate. También se puede utilizar en productos alimenticios que contengan aroma de cacao o chocolate, tales como bebidas en polvo, helados u otros productos de confitería.

25 Se permite proporcionar un producto final con las características de sabor deseadas de una manera controlable y eficiente.

La invención se ilustra adicionalmente mediante los siguientes ejemplos no limitativos:

#### **Ejemplo 1**

30 Un flujo de alimentación de licor de cacao, calentado a una temperatura de aproximadamente  $115 \pm 2^\circ\text{C}$ , fue despojado con aire en una cámara de mezclado al vacío, a una presión de 0,80 bares absolutos, para generar una corriente de gas que contiene compuestos aromáticos de chocolate y humedad. La corriente de gas se elaboró fuera de la cámara de mezclado y se alimentó en un condensador que funciona a aproximadamente  $10^\circ\text{C}$  para obtener  
35 una fase líquida aromatizada y una fase gaseosa. La fase gaseosa obtenida del condensador a continuación, se introdujo en un compresor de anillo para líquidos. La presión en el compresor de anillo para líquidos se incrementó hasta aproximadamente 1,03 bares absolutos, a una temperatura de aproximadamente  $28^\circ\text{C}$ . El agua se utilizó para formar el líquido en el compresor de anillo para líquidos. El gas que sale del compresor de anillo para líquido se descartó. La recuperación de los compuestos aromáticos clave en el líquido aromatizado que sale del compresor de  
40 anillo para líquidos se analizó por GC-MS:

Las muestras del líquido (4g) se pesaron en viales con tapa de rosca con espacio de vacío de 20ml. Cada vial se equilibró durante 60 minutos a  $55^\circ\text{C}$  y los volátiles del espacio con vacío fueron adsorbidos sobre una fibra de PDMS-DVB SPME durante 30 minutos también a  $55^\circ\text{C}$ . Los volátiles fueron desorbidos durante 5 minutos a  $220^\circ\text{C}$   
45 en el inyector de un Cromatógrafo de gas 7890A Agilent que funciona en el modo sin división, y separado en una columna con un film de  $0,25 \mu\text{m}$  con  $60\text{m} \times 0,25 \text{mm}$  x de diámetro interno DB-Wax (Agilent). El horno GC se programó desde  $40^\circ\text{C}$  (5 minutos) hasta  $220^\circ\text{C}$  a  $3^\circ\text{C}/\text{min}$  y eluyendo compuestos fragmentados por impacto de electrones por ionización en un espectrómetro de masas Agilent 5975C. Los componentes se identificaron mediante la comparación de sus patrones de fragmentación con los que figuran en una biblioteca espectral (referencia biblioteca espectral NIST08).  
50

El cromatograma de corriente de iones total resultante se muestra en la figura 3. Los compuestos aromáticos clave que se producen en el cacao y el chocolate se detectaron incluyendo 2-metilbutanal (9.02min), 3-metilbutanal (9.15min), 2-heptanona (20.52min), heptanal (20.67min), 2-nonanona (30.17min), nonanal (30.342min), trimetilpirazina (30.80min) y linalol (36.78min). Las personas familiarizadas con cromatografía de gases serán conscientes de que el momento exacto en el que un compuesto se eluirá desde una columna polar tal como Wax-DB se verá influenciada por la edad y la historia anterior de la muestra de la columna. Los tiempos de retención citados son sólo a título orientativo.

**REIVINDICACIONES**

1. Un método de producir un líquido aromatizado, comprendiendo el método:
- 5 a) proporcionar un gas que comprende aroma derivado de cacao o productos basados en cacao, y agua;  
b) condensar el gas que comprende el aroma y el agua, para proporcionar una fase acuosa de líquido aromatizado y una fase gaseosa; y  
c) someter la fase gaseosa obtenida en la etapa b) para la presurización en la presencia de un líquido de absorción para producir un líquido aromatizado.
- 10 2. El método de la reivindicación 1 en el que el líquido de absorción presente durante la presurización en la etapa c) comprende toda, o una parte de la fase líquida acuosa obtenida en la etapa b).
- 15 3. El método según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2 en el que el líquido de absorción presente durante la presurización en la etapa c) es manteca de cacao.
4. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que el gas que comprende el aroma y agua está condensado a una temperatura entre 0 y 40°C.
- 20 5. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que el gas que comprende el aroma y agua está condensado a una presión entre 0,1 y 3 bares de presión absoluta.
6. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que la fase gaseosa obtenida en la etapa b) es presurizada a una presión entre 1 y 20 bares de presión absoluta en la etapa c).
- 25 7. El método de la reivindicación 6 en el que la fase gaseosa obtenida b) está presurizada a una presión entre 2 y 20 bares de presión absoluta en la etapa c).
- 30 8. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que la fase gaseosa obtenida en la etapa b) está sometida a una temperatura máxima de entre 0 y 50°C durante la presurización en la etapa c).
9. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que la presurización en la etapa c) se realiza en un compresor de anillo para líquidos.
- 35 10. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que el gas que comprende aroma de cacao o un producto basado en cacao se proporciona al liberar aroma a partir de chocolate líquido o un compuesto de chocolate líquido con un gas, preferentemente vapor.
- 40 11. El método de la reivindicación 10 que comprende además mezclar el líquido acuoso aromatizado obtenido en la etapa c) o los compuestos del aroma obtenidos después de la etapa d) y/o e) con el chocolate líquido o compuesto de chocolate líquido que se ha utilizado para proporcionar el gas en la etapa a).
12. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores que comprende además la etapa de:
- 45 d) refinar el líquido aromatizado obtenido en la etapa c), por ejemplo al recoger de forma selectiva compuestos aromáticos concretos del líquido.
13. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores que comprende además la etapa de:
- 50 e) separar el líquido de absorción de los compuestos aromáticos contenidos en el líquido aromatizado obtenido en la etapa c).

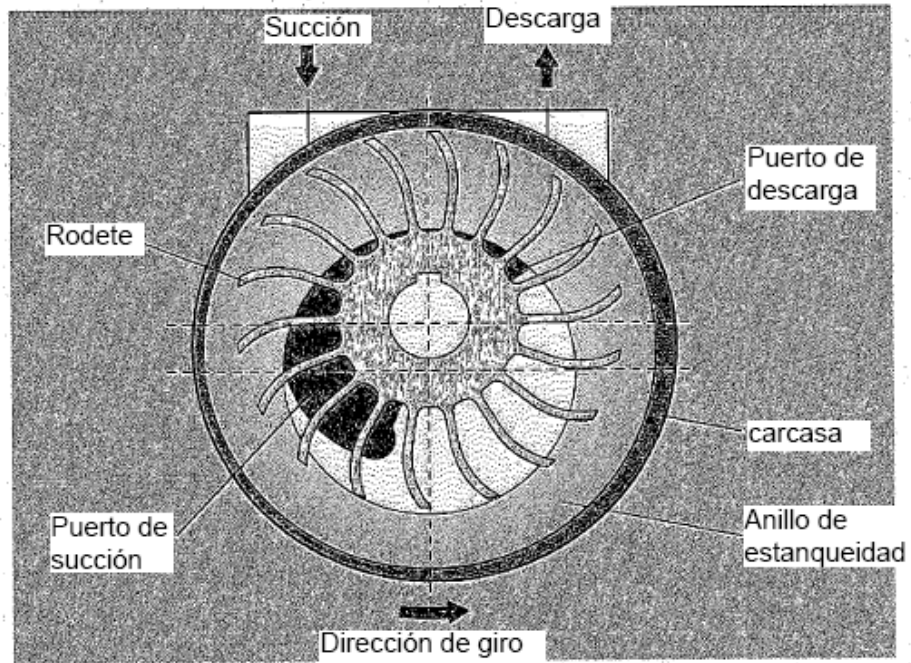


Figura 1

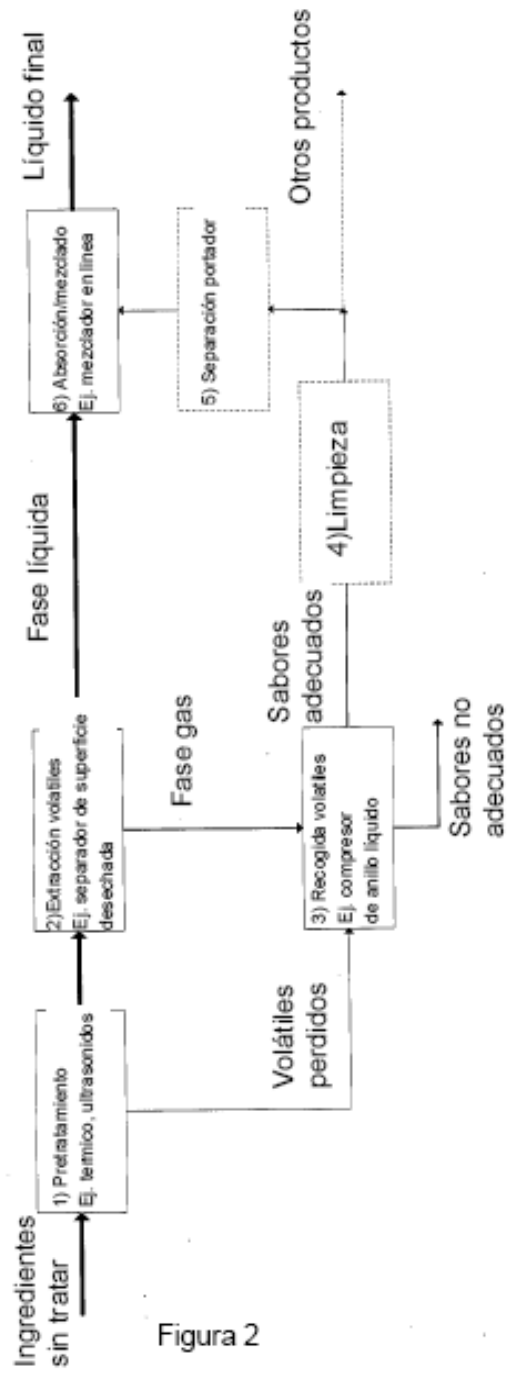


Figura 2



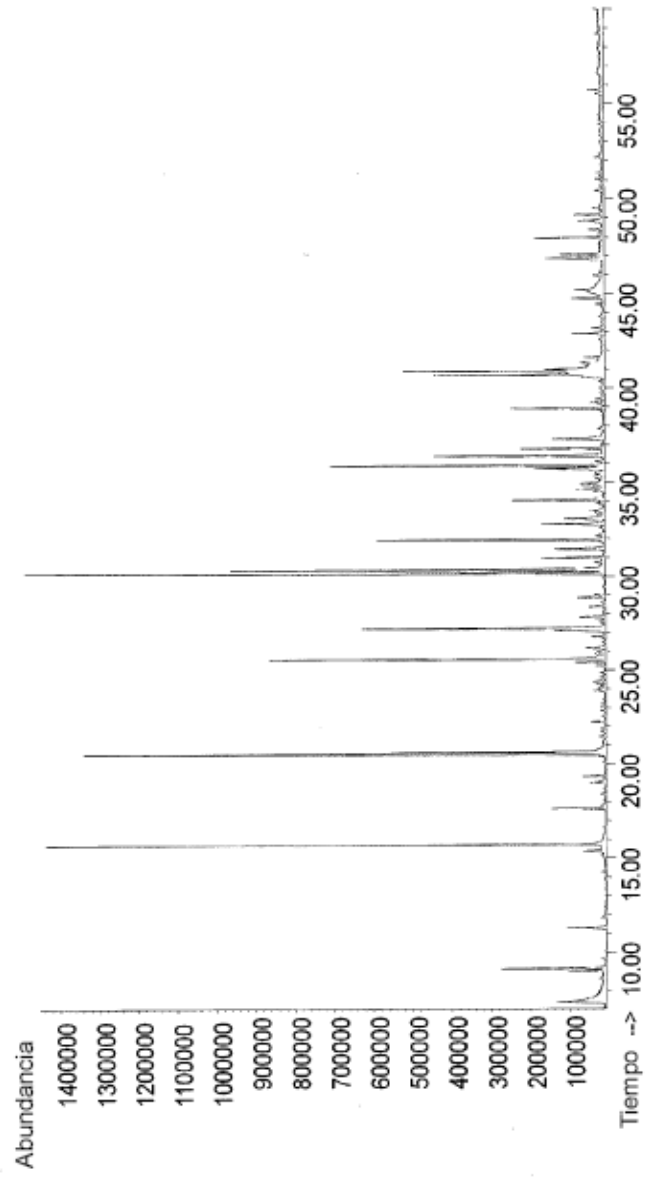


Figura 3