

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 542 419**

51 Int. Cl.:

A22C 13/00 (2006.01)

A23L 1/232 (2006.01)

A23L 1/27 (2006.01)

A23L 1/314 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.10.2000** **E 00970928 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.04.2015** **EP 1221858**

54 Título: **Solución de agente colorante de humo líquido mejorada fabricada de un precipitado orgánico de humo líquido**

30 Prioridad:

21.10.1999 US 422907

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

05.08.2015

73 Titular/es:

**HICKORY SPECIALTIES, INC. (100.0%)
783 OLD HICKORY BOULEVARD, SUITE 300
BRENTWOOD, TN 37027, US**

72 Inventor/es:

MOELLER, PATRICK, W.

74 Agente/Representante:

PONTI SALES, Adelaida

ES 2 542 419 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

Solución de agente colorante de humo líquido mejorada fabricada de un precipitado orgánico de humo líquido

5 **Sector técnico**

[0001] La presente invención se refiere, en general, a una composición de humo líquido. Dichas composiciones de humo líquido se utilizan para colorear y saborizar productos alimenticios comestibles. Más particularmente, la presente invención se refiere a un precipitado de una composición de humo líquido, precipitado que proporciona una solución de agente colorante mejorada.

Lista de abreviaturas

[0002]

15	NH ₄ OH	hidróxido de amonio
	B(a)P	benzo(a)pireno
	Ca(OH) ₂	hidróxido de calcio
	C	Centígrado
20	F	Fahrenheit
	g	gramo
	mg	miligramo
	ml	milímetro
	ppb	partes por mil millones
25	PAH	hidrocarburos aromáticos polinucleares
	KOH	hidróxido de potasio
	NaOH	hidróxido de sodio

Antecedentes de la invención

30 [0003] Los alimentos han sido ahumados desde que los humanos comenzaron a utilizar el fuego para preparar comidas, proporcionar sabor, color y conservación. Inicialmente, la conservación era la razón final para ahumar alimentos, pero a medida que avanzaron las técnicas de conservación, el sabor y el color pasaron a ser las razones principales para ahumar alimentos. A medida que las sociedades se hicieron más industrializadas, el desplazamiento del ahumado doméstico o individual al procesamiento en plantas especializadas condujo a la necesidad de mejorar el control de los procedimientos de ahumado, incluyendo técnicas uniformes de aplicación de humo.

40 [0004] Por consiguiente, se desarrollaron composiciones de humo líquido (conocidas asimismo como soluciones de humo líquido, y denominadas coloquialmente humos líquidos) como una sustitución para el ahumado de alimentos mediante el contacto directo con humo en un ahumadero. Dichas composiciones se han convertido en una práctica industrial estándar.

45 [0005] Cuando se aplica a las superficies de carnes y otros productos alimenticios proteínicos, tales como varios tipos de embutidos, salchichas de Frankfurt, mortadelas, rollos de carne, jamones y similares, el humo líquido proporciona al elemento un sabor ahumado característico y produce un color ahumado oscuro. La obtención de un producto de tipo ahumadero mediante la aplicación de una solución de humo acuosa a un producto alimenticio requiere controlar y equilibrar muchas variables tales como la composición del alimento, la temperatura, la humedad, el tiempo de procesamiento, el tiempo de contacto, la cantidad de humo líquido y la concentración del humo líquido.

50 [0006] Es bien conocido por los expertos en la materia que las composiciones de humo líquido contienen una amplia gama de compuestos químicos, y se han identificado más de 400 de dichos compuestos. Sin embargo, los expertos en la materia saben asimismo que las composiciones de humo líquido están caracterizadas por su contenido de ciertas clases de compuestos, es decir, ácidos (% de acidez titulable), fenoles y carbonilo.

55 [0007] Los ácidos son conservantes y, por supuesto, agentes de control del pH, como resultado de lo cual las composiciones de humo líquido comerciales tienen habitualmente un pH por debajo de aproximadamente 2,5, y más habitualmente por debajo de aproximadamente 2,3, y un % de acidez titulable en volumen desde aproximadamente el 3 % hasta aproximadamente el 18 %. Los fenoles proporcionan sabor, y asimismo aroma, a las composiciones de

humo líquido, y las composiciones comerciales tienen habitualmente un contenido de fenoles desde aproximadamente 10 hasta aproximadamente 45, y más habitualmente, desde aproximadamente 14 hasta aproximadamente 30 mg/ml. Los carbonilos imparten el color marrón a las composiciones de humo líquido. Los fenoles y los carbonilos se pueden medir, tal como se describe en la patente U.S.A. número 4.431.032, de Nicholson, mencionada más adelante. El potencial de oscurecimiento de las composiciones de humo líquido se puede medir mediante el procedimiento de Índice de Oscurecimiento, bien conocido en la técnica, descrito en la patente U.S.A. número 4.994.297, de Underwood, mencionada más adelante, o mediante el procedimiento de Índice de Manchas bien conocido en la técnica, que involucra la reacción de humo líquido con glicina. Se debe observar que los ácidos y los carbonilos son secundarios en su contribución al sabor de las composiciones de humo líquido.

10 El valor del color se puede medir tal como se ha descrito en la patente U.S.A. número 5.681.603, de Underwood, mencionada a continuación. La patente 5.681.603, de Underwood, describe asimismo cómo medir el B(a)P, que es cancerígeno y por lo tanto debería estar por debajo de 10 ppb.

[0008] Como antecedentes generales, se describen composiciones de humo líquido mejoradas y técnicas para su fabricación en la patente U.S.A. número 4.154.866, de Dainus, Dane y O'Hara (cesionario Stange Co.), y en la patente U.S.A. número 4.994.297, de Underwood (cesionario Ensyn Engineering Associates, Inc.).

[0009] Dado que la aparición de las composiciones de humo líquido ha mejorado significativamente el procesado de las carnes, durante los últimos 20 años aproximadamente se han hecho intentos de tratar el problema de los precipitados de humo líquido. Tras el almacenamiento de un producto de humo líquido, el precipitado sedimenta formando un residuo insoluble en agua, pringoso, viscoso, en el fondo del recipiente para el humo líquido.

[0010] Además, aunque el humo líquido es acuoso, el humo líquido no es totalmente soluble en agua, lo que agrava el problema de los precipitados. Más específicamente, el precipitado se producirá tras la disolución del humo líquido con agua.

[0011] Sin embargo, el precipitado se puede mantener en emulsión. Por ejemplo, la patente U.S.A. número 4.442.868, de Smith y Kearby (cesionario Teepak) da a conocer el tratamiento de humo líquido con agentes alcalinos a pH de 10 o superior para disolver precipitados, de modo que pueden permanecer en solución, y para producir un agente colorante/saborizante para su utilización en envolturas. Además, la patente U.S.A. número 4.446.167, de Smith y Kearby (cesionario Teepak, Inc.) no sólo da a conocer la formación de un saborizante/colorante de humo básico a partir de humo de madera natural, junto con envolturas de alimentos y productos de alimentos utilizando el saborizante/colorante, sino que asimismo esta patente U.S.A. está estrechamente relacionada con la invención de la patente 4.442.868, de Smith y Kearby. Asimismo, tal como se describe en la patente U.S.A. número 5.690.977, de Hammer, Mans y Winter (cesionario Hoechst AG), se da a conocer una solución de humo líquido modificada que contiene una solución de humo líquido acuosa no modificada y un agente de neutralización alcalino. La composición incluye asimismo un aceite sintético o natural, un componente de aumento de la viscosidad y uno o varios emulsionantes. La mezcla de humo líquido se da a conocer conteniendo el agente neutralizante alcalino en una magnitud tal que la mezcla tiene un pH desde aproximadamente 8 hasta aproximadamente 14, y preferentemente desde aproximadamente 8,5 hasta aproximadamente 12.

[0012] Alternativamente, el precipitado puede ser eliminado, lo que se puede conseguir mediante un proceso de extracción de solventes utilizado sobre humo líquido para crear una fracción sobrenadante de humo líquido empobrecida en alquitrán y una fracción no deseable que contiene alquitrán, seguido por la separación mediante la gravedad de las dos fracciones, tal como se describe en la patente U.S.A. número 4.431.032, de Nicholson (cesionario, Union Carbide Corporation). Asimismo, la patente U.S.A. número 4.604.309, de Goldberg (cesionario Teepak, Inc.) da conocer un método para producir una solución de humo líquido que incluye la etapa de neutralizar el humo líquido con una base, tal como hidróxido de sodio, a pH de 6 a 7, lo que provoca que el alquitrán precipite. El precipitado se desecha. La parte acuosa puede ser extraída con solventes orgánicos antes o después del tratamiento con la base. Además, la patente U.S.A. número 4.834.993, de Chiu (cesionario Viskase Corporation), da a conocer una solución de humo líquido que se prepara precipitando alquitranes mediante neutralizar una composición de humo líquido ácida, seguido por desechar a continuación los alquitranes. La composición de humo líquido neutralizada retiene preferentemente un pH de 5 a 9. Adicionalmente, la patente U.S.A. número 5.637.339, de Moeller (cesionario Hickory Specialties, Inc.) da conocer el tratamiento de humo líquido con partículas de carbón activado para eliminar alquitranes y crear un humo líquido empobrecido en alquitranes, que es totalmente miscible en agua.

[0013] De mayor interés particular en relación con la presente invención, es el proceso de la patente U.S.A. número 4.278.694, de Chiu (cesionario Union Carbide Corporation), que da conocer métodos para preparar

composiciones de humo líquido acuosas, incluyendo una composición de humo líquido acuosa concentrada. La composición de humo líquido acuosa concentrada se prepara neutralizando sustancialmente una solución de humo líquido que contiene componentes colorantes y saborizantes de humo, a un pH mayor de aproximadamente 4 con un agente de neutralización alcalino para formar un precipitado de alquitranes de humo. El precipitado de alquitranes de humo se separa a continuación del líquido sobrenadante y después se disuelve en un agente solubilizante de alcohol soluble en agua para formar una composición de humo líquido de alquitranes de humo que tiene más de aproximadamente un 15 % en peso de alquitranes de humo disueltos. El intervalo de pH indicado para composiciones neutralizadas abarca desde aproximadamente 4 hasta aproximadamente 8. El precipitado se obtiene a partir de una fuente de humo líquido sustancialmente sin refinar, e incluye por lo tanto una concentración elevada de alquitranes, incluyendo niveles elevados de componentes no deseables de alquitrán, que incluyen benzo(a)pireno, que actualmente se sabe es cancerígeno. Se muestra una mejora en la patente U.S.A. número 5.681.603, de Underwood (cesionario Red Arrow Products), más reciente. Más específicamente, la patente de Underwood da a conocer la fabricación de una composición de colorante/saborizante mediante poner en contacto un subproducto de alquitrán insoluble en agua (a partir de humo líquido) con una solución alcalina, a un pH final por encima de 10. A continuación se pone en contacto la solución de alquitrán con ciertas resinas basadas en hidrocarburos aromáticos no iónicos para reducir el contenido de benzo(a)pireno a 10 ppb o menos.

[0014] A pesar de los procedimientos discutidos anteriormente para utilizar los componentes de precipitados extraídos de humo líquido (tal como la utilización de alquitrán que se describe en la patente 4.278.694, de Chiu, y en la patente 5.681.603, de Underwood), siguen existiendo sin embargo problemas con dichos procedimientos. Por ejemplo, el proceso de la patente 5.681.603, de Underwood, tiene una deficiencia en que el proceso incluye una etapa de contacto con la resina para extraer el benzo(a)pireno cancerígeno, que consume mucho tiempo.

[0015] Por lo tanto, es deseable encontrar una composición de humo líquido mejorada que esté fabricada de precipitado, y un método para la fabricación de la misma, composición y método que eviten los problemas mencionados anteriormente.

Resumen y objetivos de la invención

[0016] Por consiguiente, la presente invención da a conocer un método para fabricar una solución de agente colorante de humo líquido. El método comprende la etapa de poner en contacto con agua y un agente alcalino una composición de humo líquido como material inicial. La composición de humo líquido como material inicial incluye un componente orgánico, que precipitará como un precipitado orgánico cuando la composición de humo líquido como material inicial entre en contacto con agua. El contacto con agua y con un agente alcalino produce una solución de agente colorante de humo líquido que tiene un pH alcalino por encima de aproximadamente 11, que es totalmente miscible en agua, y que posee un contenido de benzo(a)pireno menor de aproximadamente 5 partes por mil millones, sin tratamiento de la solución de agente colorante de humo líquido para la eliminación de benzo(a)pireno. La composición de humo líquido como material inicial no es totalmente miscible en agua.

[0017] Adicionalmente, la presente invención da a conocer una solución de agente colorante de humo líquido que comprende una solución de agente colorante de humo líquido totalmente miscible en agua, que (i) posee un contenido de benzo(a)pireno menor de aproximadamente 5 partes por mil millones sin tratamiento para la eliminación de benzo(a)pireno, (ii) tiene un pH por encima de aproximadamente 11 y (iii) se obtiene a partir de una composición de humo líquido como material inicial que contiene un componente orgánico, donde el componente orgánico precipitará como un precipitado orgánico a partir del contacto de la composición de humo líquido como material inicial con agua.

[0018] Preferentemente, la solución de agente colorante de humo líquido final tiene un contenido de fenoles por encima de aproximadamente 35 mg/ml y/o un valor de color por encima de aproximadamente 500.

[0019] La presente invención contempla asimismo una envoltura de alimentos tratada con la solución de agente colorante de humo líquido. El tratamiento puede ser mediante la pulverización de la solución sobre una superficie de la envoltura, o en el caso de que la envoltura sea de película de plástico polimérico extruido, la solución se puede pulverizar sobre una superficie de la película o se puede incorporar en el extrusor con las gotas de resina polimérica y mezclarse de ese modo en la película plástica resultante.

[0020] La presente invención contempla asimismo un producto alimenticio proteínico, tal como varios tipos de embutidos, salchichas de Frankfurt, mortadelas, rollos de carne, jamones y similares, tratado con la nueva solución de agente colorante de humo líquido.

[0021] Por consiguiente, un objetivo de la presente invención es dar a conocer una solución de agente colorante de humo líquido y un método de fabricación relacionado, donde la solución no forme precipitados de alquitrán tras la disolución con agua.

5

[0022] Por lo tanto, una ventaja de la presente invención es que la solución de agente colorante de humo líquido es totalmente miscible en agua dado que cuando se aplica a productos alimenticios o a envolturas de alimentos se puede diluir con agua pero no formará precipitados de alquitrán que se peguen al sistema de tubos del aparato de aplicación.

10

[0023] Otra ventaja es que la solución de agente colorante de humo líquido de la presente invención es extremadamente baja en B(a)P y por lo tanto no cancerígena, sin tratamiento para la extracción de B(a)P.

[0024] Habiéndose indicado anteriormente algunos de los objetivos y ventajas de la invención, resultarán evidentes otros objetivos, así como otras ventajas, conforme se avance en la descripción, tomada junto con los siguientes ejemplos de laboratorio y la descripción detallada.

Descripción detallada de la invención

[0025] Habitualmente, el precipitado insoluble en agua, después de su aislamiento de la composición de humo líquido, se desecha. Tal como se muestra a continuación, la presente invención está dirigida a un método de preparación de un colorante y saborizante de humo a partir de este precipitado insoluble en agua, proporcionando de este modo un producto útil comercialmente y reduciendo sustancialmente el volumen de precipitado desechado.

[0026] La presente invención está dirigida a una solución de agente colorante de humo líquido fabricada mediante poner en contacto una composición de humo líquido como material inicial con agua, para provocar que precipite un componente orgánico de la composición de humo líquido como material inicial. A continuación, se modifica el pH del precipitado orgánico por encima de aproximadamente 11,0, más preferentemente de aproximadamente 11,4 o más, e incluso más preferentemente de aproximadamente 11,8 o más, con un agente alcalino (tal como NaOH, KOH, Ca(OH)_2 o NH_4OH), dando como resultado una solución de agente colorante de humo líquido. Opcionalmente, una parte del agente alcalino se puede añadir a la composición de humo líquido antes de añadirse al agua, tal como se explica en mayor detalle a continuación. La solución de agente colorante de humo líquido resultante de la invención tiene un B(a)P reducido, por debajo de aproximadamente 5 ppb, más preferentemente por debajo de aproximadamente 3 ppb, e incluso más preferentemente por debajo de aproximadamente 1 ppb, sin ningún tratamiento de la solución de agente colorante de humo líquido resultante para eliminar B(a)P. Además, la solución de agente colorante de humo líquido resultante de la invención posee una capacidad colorante así como una capacidad saborizante excelentes.

[0027] Tal como es bien sabido, los precipitados insolubles en agua procedentes de composiciones de humo líquido contienen habitualmente un exceso de 100 ppb de B(a)P. Muchos compuestos de hidrocarburos aromáticos polinucleares, incluyendo B(a)P, son conocidos cancerígenos. Por lo tanto, ha sido importante reducir el contenido de PAH de cualquier composición (fabricada de precipitado y utilizada para contactar con un producto alimenticio) tanto como sea posible. Específicamente, ha sido importante reducir la concentración de B(a)P, que es conocido como un potente cancerígeno, hasta aproximadamente 10 ppb o menos, y preferentemente hasta aproximadamente 1 ppb o menos, pero dicho tratamiento es innecesario con la presente invención.

[0028] En los siguientes Ejemplos de laboratorio, para producir una solución de agente colorante de humo líquido, una composición de humo líquido (que contiene un componente orgánico que precipita a partir del contacto con agua) tratada mediante el método de la presente invención ha sido Código 10, como material inicial. Código 10 está disponible comercialmente en la firma Hickory Specialties, Inc., de Brentwood, Tennessee. Adicionalmente, el material inicial de composición de humo líquido utilizado puede ser SUPERSMOKE, asimismo disponible comercialmente en la firma Hickory Specialties, Inc., y fabricado mediante un proceso de evaporación en vacío bien conocido, que concentra Código 10 eliminando parte del agua de Código 10. Como resultado, SUPERSMOKE tiene una acidez habitual de aproximadamente el 16 %, mientras que Código 10 tiene una acidez habitual de aproximadamente el 11 %. Se pueden utilizar asimismo otras composiciones de humo líquido disponibles comercialmente como material inicial con el método de la presente invención para producir una solución de agente colorante de humo líquido, siempre que la composición de humo líquido como material inicial no sea totalmente miscible con agua (es decir, precipite un precipitado cuando se añade agua), y tenga un B(a)P reducido, por debajo de aproximadamente 10, más preferentemente por debajo de aproximadamente 5 y aún más preferentemente por

debajo de aproximadamente 1 ppb. Además, tal como se puede ver a partir de los siguientes Ejemplos de laboratorio, el método inventivo produjo una solución de agente colorante de humo líquido resultante y cuando el resultante se diluyó en agua, no precipitó alquitrán. Por lo tanto, el resultante fue totalmente miscible con agua.

5 **[0029]** Con la presente invención, el contacto de la composición de humo líquido como material inicial con agua y el agente alcalino para producir una solución de agente colorante de humo líquido debería ser bajo condiciones ambientales de temperatura y presión. Además, el tiempo de contacto no es particularmente largo, y en función del tipo particular y de la cantidad de ingredientes, el tiempo de contacto tiene solamente que ser suficiente para hacer que el precipitado orgánico precipite y pase a continuación a solución acuosa.

10

[0030] Se pueden utilizar procesos por lotes, en los que la composición de humo líquido se sitúa en un recipiente con agitación, seguido por la filtración para separar el precipitado orgánico de la composición de humo líquido. Además de la filtración, el método para separar el precipitado orgánico puede incluir decantación por gravedad, cicloneo de líquidos y decantación centrífuga.

15

[0031] La solución de agente colorante de humo líquido resultante de la presente invención tiene habitualmente un contenido de fenoles (indicativo de sabor) de, por lo menos, aproximadamente 35, más preferentemente, por lo menos, aproximadamente 40 e incluso más preferentemente aproximadamente 45 o más mg/ml, y un valor de color de, por lo menos, aproximadamente 500, más preferentemente, por lo menos, aproximadamente 600 y lo más preferentemente de aproximadamente 650 o más.

20

[0032] Adicionalmente, las envolturas de comida se pueden tratar con la solución de agente colorante de humo líquido. En el caso de que la envoltura sea de tipo fibroso, el tratamiento puede ser pulverizando la solución sobre una superficie de la envoltura. Las envolturas fibrosas habituales son de naturaleza celulósica. En caso de que la envoltura sea de película de plástico polimérico extruido, la solución se puede pulverizar sobre la superficie de la película. Alternativamente, la solución se puede incorporar al extrusor con las gotas de resina polimérica y por lo tanto mezclarse en la película de plástico resultante. Las películas de plástico polimérico habituales incluyen, pero sin limitarse a, películas de polímeros seleccionados del grupo que consiste en etilvinilacetato, etileno ácido acrílico, etileno ácido metacrílico, polietileno lineal de baja densidad, polietileno lineal de muy baja densidad (en ocasiones denominado polietileno de densidad ultra-baja) y combinaciones de dichos polímeros.

25

30

[0033] Adicionalmente, un producto alimenticio proteínico se puede tratar con la solución de agente colorante de humo líquido, tal como pulverizando sobre la superficie del producto alimenticio proteínico. Ejemplos de varios tipos de productos alimenticios proteínicos incluyen, pero sin limitarse a, embutidos, salchichas de Frankfurt, mortadelas, rollos de carne, jamones y combinaciones de dichos productos alimenticios proteínicos.

35

Ejemplos de laboratorio

[0034] En los siguientes Ejemplos de laboratorio, los métodos utilizados para determinar los fenoles y los carbonilos son bien conocidos por los expertos en la materia y se exponen en las secciones 11 y 12 de la patente U.S.A. número 4.431.032, de Nicholson, mencionada anteriormente. Además, en los siguientes Ejemplos de laboratorio, los métodos utilizados para determinar la ppb de B(a)P y el color son bien conocidos por los expertos en la materia y se exponen, respectivamente, en las secciones 7 y 8, y en la sección 20 de la patente U.S.A. número 5.681.603, de Underwood, mencionada anteriormente. Asimismo, en los siguientes Ejemplos de laboratorio, los métodos utilizados para determinar el índice de manchas y el porcentaje de ácidos son bien conocidos por los expertos en la materia, y se exponen como sigue:

40

45

ÍNDICE DE MANCHAS

[0035] Reactivo de 2,5 % de glicina en 95 % de ácido acético. Mezclar 2,50 g de glicina (Eastman #445) con 5,0 ml de agua destilada en un vaso de precipitados de 150 ml. Añadir aproximadamente 70 ml de acético glacial y calentar en un baño de vapor, agitando ocasionalmente para disolver la glicina. Transferir a un matraz volumétrico de 100 ml, enfriar a temperatura ambiente, y enrasar con ácido acético glacial que se utiliza para aumentar el vaso de precipitados original. Filtrar la solución antes de su utilización si cristaliza glicina. La solución es estable durante por lo menos 3 semanas, y probablemente indefinidamente.

50

[0036] Solución de humo líquido al 5 %. Diluir 2,50 ml de humo líquido en 50,0 ml con ácido acético glacial.

Reacción:

[0037]

1. Utilizando dos tubos de ensayo graduados de 25 ml, añadir 1,0 ml de la solución de humo líquido al 5 % en 10,0 ml de reactivo de glicina y añadir 1,0 ml de la solución de humo líquido al 5 % a 10 ml de ácido acético glacial (ensayo en blanco).
2. Tapar cada uno fuertemente con un cuadrado de Parafilm, y mezclar mediante agitación y poner en baño de agua a 85 °C durante 30 minutos.
3. Transferir cada uno a un baño de agua fría y diluir parcialmente con agua destilada para acelerar el enfriamiento. Cuando cada uno está a temperatura ambiente, diluir finalmente cada uno hasta la marca de 25 ml y mezclar mediante inversión.
4. Ajustar un espectrofotómetro a 0 utilizando agua destilada. Leer la absorbancia de cada solución en una cubeta de 1,27 cm (0,5 pulgadas) utilizando un espectrofotómetro a 440 nanómetros.
5. Calcular la absorbancia neta restando la lectura del ensayo en blanco (consistente en 1,0 ml de solución de humo líquido al 5 %, 10,0 ml de ácido acético glacial y agua destilada hasta 25 ml) de la lectura de la muestra de prueba.
6. Calcular el índice de manchas: SI = Absorbancia Neta X 100.

PORCENTAJE DE ÁCIDO ACÉTICO

- Verter 250 ml de agua destilada en un vaso de precipitados limpio de 400 ml. Introducir 6 ml de humo líquido. Estandarizar el medidor de pH con una solución tampón de pH 7. El medidor de pH debería estar en 7,00. Si no, utilizar el botón de control y ponerlo en esa posición. Enjuagar el electrodo de vidrio con agua destilada procedente de la botella de pulverización. Situar el vaso de precipitados de la mezcla agua-humo en la plataforma de prueba, y bajar los electrodos de pH. Agitar la mezcla, añadiendo una solución de hidróxido de sodio de normalidad 1,0 estándar. Añadir el hidróxido de sodio hasta que el medidor de pH lea 7,00. La cantidad de milímetros de hidróxido de sodio introducidos en la mezcla de agua-humo es el porcentaje de ácido acético. Por ejemplo, 1 ml de hidróxido de sodio introducido en la mezcla de humo-agua computará 1 punto de ácido acético hasta que el medidor de pH alcance un valor de 7,00. En otras palabras, si se introduce 9,4 ml de solución de 1,0 N NaOH, la lectura del ácido acético será del 9,4 % de ácido acético en volumen. Los cálculos son los siguientes:

% ácido acético = [(ml de NaOH) X (Normalidad del NaOH) X 0,1 (corrección a %) X (peso equivalente de ácido acético)] dividido por ml de humo líquido.

% ácido acético = [(9,4 ml de NaOH) X (Normalidad 1,0) X (aproximadamente 60)] dividido por 6,0 ml de humo líquido,

y por lo tanto,

% de ácido acético = 9,4.

Cabe señalar que cierta información no se tuvo en cuenta en las pruebas iniciales debido a que no era típica del tipo de producto involucrado. La acidez y los carbonilos no se pueden medir o carecen de significado en un entorno alcalino. La prueba de color no se ejecuta en productos de humo de pH bajo (ácidos) dado que estos se prueban para valores del índice de manchas.

Ejemplo 1

Se puso una composición de humo líquido con una acidez titulable de 10,8 % (Código 10 de la firma Hickory Specialties, Inc.) en un recipiente y se mezcló con agua hasta una acidez titulable del 3,0 %. La adición de agua provocó que una fracción orgánica precipitara y se asentara en el fondo del recipiente. (Durante esta primera prueba y sus repeticiones, la cantidad de precipitado varió en el intervalo del 3 al 15 % en peso de la cantidad original de Código 10.) Se mezcló una parte alícuota del precipitado con el 50 % de NaOH y la temperatura de reacción se aumentó a 65,6 °C (150 °F). A continuación, la mezcla se diluyó con agua adicional hasta un contenido de agua final del 50 % para el control de viscosidad. La solución de agente colorante final tuvo un pH de 12 y en la

siguiente tabla 1 se denomina la primera muestra.

[0041] Se preparó una segunda muestra de manera similar a la primera muestra. Sin embargo, en esta muestra, el agua de dilución adicional se añadió antes de la adición del NaOH, y asimismo, la temperatura se mantuvo por debajo de 51,6 °C (125 °F). La solución de agente colorante final se denomina la segunda muestra en la tabla 1 siguiente.

[0042] El procedimiento de la segunda muestra se repitió pero la temperatura de reacción se aumentó a 71 °C (160 °F). La solución de agente colorante final se denomina la tercera muestra en la tabla 1 siguiente.

10

Tabla 1

Muestra	(%) Acidez	pH	Color	Carbonilos (g/100g)	Fenoles (mg/ml)	Dilución en agua (%)	B(a)P (ppb)
Código 10 (material inicial)	10,8	2,1	**	18	17	-	0,5
Primera	-	12	656	-	-	50	<1
Segunda	-	12	650	-	-	50	-
Tercera	-	12	697	-	45	50	-

** En lugar del color, se determinó el índice de manchas como 85.

Ejemplo 2

15

[0043] Se puso una composición de humo líquido con una acidez titulable del 11,0 % (Código 10, de la firma Hickory Specialties, Inc.) en un recipiente y se trató con NaOH al 50 % hasta que el pH fue de 6,0. La adición del NaOH provocó la formación de un precipitado orgánico que se asentó en el fondo del recipiente. Se mezcló una parte alícuota del precipitado (38,8g) con 17,5 ml de solución de NaOH al 25 %. A continuación, se añadieron 17,5 ml de agua de dilución para modificar la viscosidad. La solución de agente colorante final tuvo un pH de 12 y en la siguiente tabla 2 se denomina la primera muestra.

20

Tabla 2

Muestra	(%) Acidez	pH	Color	Carbonilos (g/100g)	Fenoles (mg/ml)	Dilución en agua (%)	B(a)P (ppb)
Código 10 (material inicial)	11,0	2,1	**	19	17,5	-	0,5
Primera	-	11,8	673	-	-	49,8	0,8

** En lugar del color, se determinó el índice de manchas como 85.

25

Ejemplo 3

[0044] El procedimiento de ejemplo 1 se puede repetir pero con SUPERSMOKE en lugar de Código 10. Los resultados deberían ser tal como los presentados en la siguiente tabla 3.

30

Tabla 3

Muestra	(%) Acidez	pH	Color	Carbonilos (g/100g)	Fenoles (mg/ml)	Dilución en agua (%)	B(a)P (ppb)
SUPERSMOKE (material inicial)	16,0	2,0	**	37	38	-	0,8
Primera	-	12	690	-	-	50	<1

** En lugar del color, se determinó el índice de manchas como 180.

Ejemplo 4 (Tratamiento de productos alimenticios)

[0045] Se pueden tratar diversos productos alimenticios proteínicos con las soluciones de agente colorante de

35

humo líquido del ejemplo 1 (muestras 1 a 3) y ejemplo 2 (muestra 1).

[0046] Los productos alimenticios que se pueden tratar aplicando cada una de las soluciones de agente colorante de humo líquido a la superficie de los productos alimenticios son embutidos, salchichas de Frankfurt, mortadelas, 5 rollos de carne y jamones.

[0047] Se debería obtener un color y un sabor excelentes.

Ejemplo 5 (Tratamiento de envolturas de alimentos)

10

[0048] Las envolturas de alimentos se pueden tratar con las soluciones de agente colorante de humo líquido del ejemplo 1 (muestras 1 a 3) y del ejemplo 2 (muestra 1).

15 **[0049]** Las envolturas seleccionadas pueden ser envolturas fibrosas celulósicas y se pueden tratar pulverizando individualmente cada solución de agente colorante de humo líquido sobre la superficie de cada envoltura respectiva.

[0050] Las envolturas seleccionadas pueden ser películas de plástico polimérico extruido y se pueden tratar pulverizando individualmente cada solución de agente colorante de humo líquido sobre la superficie de cada envoltura respectiva.

20

[0051] Las envolturas seleccionadas pueden ser películas de plástico polimérico extruido y se pueden tratar incorporando individualmente cada solución de agente colorante de humo líquido con cada clase respectiva de gotas de resina polimérica y mezclando de ese modo cada una de las soluciones en cada una de las películas resultantes.

25 **[0052]** Las películas de plástico polimérico pueden ser de etilvinilacetato, etileno ácido acrílico, etileno ácido metacrílico, polietileno lineal de baja densidad, polietileno lineal de muy baja densidad y combinaciones de los mismos.

30 **[0053]** Los mismos productos alimenticios (tratados o bien sin tratar) enumerados en el ejemplo 4 se pueden envasar con las diversas envolturas tratadas, y los productos alimenticios envasados deberían tener un color y un sabor excelentes.

35 **[0054]** Se comprenderá que se pueden modificar diversos detalles de la invención sin apartarse del alcance de la misma. Además, la descripción anterior tiene solamente propósitos de ilustración, y no de limitación, estando definida la invención mediante las reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1. Un método para fabricar una solución de agente colorante de humo líquido, que comprende:
 - 5 a) poner en contacto con agua una composición de humo líquido como material inicial que no es totalmente miscible en agua, que tiene un contenido de benzo(a)pireno por debajo de aproximadamente 10 partes por mil millones e incluye un componente orgánico, que precipitará como un precipitado orgánico cuando la composición de humo líquido como material inicial entre en contacto con el agua;
 - 10 b) obtener dicho precipitado orgánico después de dicho contacto;
 - c) producir a partir de dicho precipitado orgánico, añadiendo un agente alcalino y agua, una solución de agente colorante de humo líquido, que (a) tiene un pH alcalino por encima de aproximadamente 11, (b) es totalmente miscible en agua y (c) posee un contenido de benzo(a)pireno menor de aproximadamente 5 partes por mil millones.
- 15 2. El método acorde con la reivindicación 1, en el que el pH está por encima de aproximadamente 11,4.
3. El método acorde con la reivindicación 2, en el que la composición de humo líquido como material inicial tiene un contenido de benzo(a)pireno por debajo de aproximadamente 5 partes por mil millones.
- 20 4. El método acorde con la reivindicación 1, en el que la solución de agente colorante de humo líquido posee un valor de color por encima de aproximadamente 500.
5. El método acorde con la reivindicación 4, en el que la solución de agente colorante de humo líquido
- 25 6. El método acorde con la reivindicación 5, en el que la solución de agente colorante de humo líquido posee un contenido de fenoles, indicativo de sabor, por encima de aproximadamente 40 mg/ml.
- 30 7. El método acorde con la reivindicación 1, en el que la solución de agente colorante de humo líquido posee un contenido de fenoles, indicativo de sabor, por encima de aproximadamente 35 mg/ml.
8. El método acorde con la reivindicación 1, en el que el agente alcalino se selecciona del grupo que
- 35 los mismos.