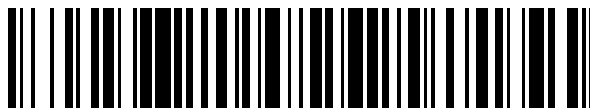


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 583 164**

21 Número de solicitud: 201530336

51 Int. Cl.:

C11B 9/00 (2006.01)

C07D 311/32 (2006.01)

C07D 493/12 (2006.01)

A23L 2/06 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

16.03.2015

43 Fecha de publicación de la solicitud:

19.09.2016

71 Solicitantes:

SUNTORY BEVERAGE & FOOD LIMITED (100.0%)
3-1-1, Kyobashi, Chuo-Ku
Tokyo 104-0031 JP

72 Inventor/es:

IBUSUKI, Daigo;
FUJIWARA, Masaru y
YOKOO, Yoshiaki

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

54 Título: **Composiciones líquidas que contienen aceites esenciales de la cáscara procedente de frutas cítricas**

57 Resumen:

Composiciones líquidas que contienen aceites esenciales de la cáscara procedente de frutas cítricas. Una composición líquida adecuada para la inclusión en bebidas que comprende 0,2-3,5% en volumen de un aceite esencial de la cáscara, 10-300 mg/kg/ácido de limonina y 10-50 mg/kg/ácido de rutina, y tiene una acidez del 2,0% o menos. El aceite esencial de la cáscara, la limonina y la rutina proceden preferentemente de una fruta cítrica y la composición líquida se obtiene preferentemente usando cáscara de fruta cítrica de la que se ha eliminado una capa superficial superior en un espesor tal que no se rompan los sacos de aceite.

ES 2 583 164 A1

DESCRIPCIÓN

COMPOSICIONES LÍQUIDAS QUE CONTIENEN ACEITES ESENCIALES DE LA CÁSCARA PROCEDENTE DE FRUTAS CÍTRICAS

CAMPO TÉCNICO

La presente invención se refiere a composiciones líquidas que contienen aceites esenciales, o aceites esenciales obtenidos de cáscara de frutas cítricas. Más particularmente, la presente invención se refiere a composiciones líquidas que comprenden aceites esenciales de la cáscara y relaciones de concentración específicas de limonina y rutina y que son de acidez y amargor suficientemente bajos para poder incluirse dentro de bebidas.

10 TÉCNICA ANTERIOR

El zumo de cítricos obtenido exprimiendo frutas cítricas puede algunas veces tener problemas en términos de amargor, acidez, astringencia, olores desagradables, etc. El amargor o acidez moderado puede ser aceptado por los consumidores como un sabor que les recuerda a las frutas naturales, pero excesivo amargor o acidez puede algunas veces hacerlos desagradables. Para tratar los problemas, se han propuesto métodos tales como reducir el excesivo amargor o acidez del zumo de cítricos mediante la adición de un glucósido de hesperidina (JP H11-318379 A) y suprimir el amargor de la limonina y similares mediante la adición de ácido cítrico y un citrato de metal alcalino o la adición de fosfato condensado (JP S60-246325 A y JP 2013-33 A). Además, se ha propuesto un método para controlar el aroma y sabor de zumo de cítricos que comprende controlar las concentraciones de limonina y flavonas polimetoxiladas a niveles por debajo del nivel del sabor umbral de las mismas y controlar la relación de Brix-ácido del zumo en ellas (JP 2011-500028 A).

Se ha informado que la limonina y la naringina, que son componentes amargos de las frutas cítricas, están altamente contenidos en la cáscara de una fruta cítrica y la parte que está creciendo (la parte central de la fruta) (J. Agric. Food Chem., Vol. 45, 2876-2883, 1997; y Kasetsart J. (Nat. Sci.) 43: 28 – 36, 2009). A este respecto, se ha desarrollado un método para exprimir zumo de tal forma que los extractos de estas partes no se incluyan en el zumo.

30 RESUMEN DE LA INVENCION

En el caso de producir bebidas usando el zumo de frutas cítricas que tienen un fuerte sabor amargo, hay un problema de que la cantidad de zumo que puede usarse en las

bebidas está limitado y así es difícil reproducir completamente el aroma de la fruta. Otro problema es que si se eliminan los componentes amargos del zumo de frutas, también pueden perderse otros componentes (por ejemplo, componentes de aroma), por lo que no solo es la intensidad del aroma baja, sino también el aroma y sabor del zumo puede ser diferente de aquellos de frutas naturales. Además, los aceites esenciales de la cáscara de frutas cítricas tienen una tendencia a deteriorarse en la fragancia tan pronto como se añaden al zumo de frutas, por lo que no solo son incapaces de mantener el aroma fresco, sino que la intensidad del aroma también es baja. Un objetivo de la presente invención es proporcionar composiciones líquidas que comprendan aceites esenciales de la cáscara, que tengan una fragancia natural y fresca procedente de frutas cítricas naturales, que sean bajas en amargor irritante y que sean capaces de inclusión dentro de bebidas.

Como resultado de la amplia investigación, los inventores encontraron que una composición líquida que se obtuvo mediante un proceso de reducir la rutina contenida en la cáscara de fruta cítrica y luego chocar la cáscara dentro del agua tuvo una fragancia característica de aceites esenciales de cítricos de la cáscara aún cuando no contuvo zumo de frutas. Los inventores han completado la presente invención descubriendo que una composición líquida en la que la concentración de rutina con respecto a la acidez se limitó a un cierto valor contuvo una cantidad especificada de limonina pero, sin embargo, la composición líquida fue baja en amargor y acidez, tuvo un aroma más próximo al de frutas naturales y fue adecuada para la inclusión en bebidas.

Específicamente, la composición líquida:

comprende un aceite esencial de la cáscara, limonina y rutina; en la que el contenido del aceite esencial de la cáscara está en el intervalo del 0,2-3,5 % en volumen de la cantidad total de la composición;

la concentración de la limonina con respecto a la acidez está en el intervalo de 10-300 mg/kg/ácido;

la concentración de la rutina con respecto a la acidez está en el intervalo de 10-50 mg/kg/ácido;

la relación de peso de rutina con respecto a limonina (rutina/limonina) es 1 o menos; y la acidez es 2,0 % o menos.

El aceite esencial anteriormente descrito de cáscara, limonina y rutina puede proceder de una o más frutas cítricas. La composición líquida anteriormente descrita puede usarse como zumo de aroma que se añade a bebidas y tiene una acidez mucho menor que los tipos convencionales de zumo de frutas (incluyendo zumo triturado). Debe observarse aquí que “mg/kg/ácido” como unidad de las concentraciones de limonina y rutina se obtiene dividiendo la concentración de limonina o rutina (mg/kg) entre la acidez de la composición. La acidez como se usa en el presente documento se determina midiendo primero el contenido de ácidos orgánicos en un líquido por valoración por neutralización con hidróxido sódico, calculando la misma en términos de ácido cítrico y expresando el valor convertido en porcentaje.

Los presentes inventores encontraron que el amargor intenso irritante de la fruta cítrica fue alto en la capa superficial superior de la cáscara (dentro de 1 mm de la superficie externa, en particular dentro de 0,7 mm). Eliminando la capa superficial superior cortando en rebanadas la cáscara de forma suficientemente fina para no romper los sacos de aceite en la cáscara, los inventores han logrado eliminar el amargor de la cáscara mientras que mantienen los componentes de aroma de la fruta cítrica. Midiendo el cambio en los componentes de la cáscara antes y después de eliminar la capa superficial superior, los inventores encontraron sorprendentemente que la concentración de limonina conocida como un componente de amargor no cambió, mientras que la concentración de rutina disminuyó significativamente. A partir de este resultado, los inventores dedujeron que la rutina tenía un efecto de aumentar el amargor y estudiaron el impacto de la rutina sobre el amargor. Como resultado de los estudios, los inventores han encontrado que la propia rutina tiene poco amargor pero que, en un caso en el que la limonina está presente junto con la rutina que tiene una cierta proporción o más, el intenso amargor de la limonina se aumenta por la rutina. Más específicamente, los inventores han encontrado que el amargor de la limonina es más intenso si la relación de peso de rutina con respecto a limonina (rutina/limonina) supera 1. En la composición líquida de la presente invención, el intenso amargor de la limonina puede reducirse reduciendo la relación de rutina/limonina a 1 o menos.

Los inventores también han encontrado que el amargor de la limonina aumenta bajo condiciones de alta acidez. En la composición líquida de la presente invención, el amargor de la limonina puede reducirse adicionalmente ajustando la acidez para que sea del 2,0 % o menos. Como se describirá más adelante, puede producirse una composición líquida que tiene una cantidad especificada de aceite esencial de la cáscara, una relación

de rutina/limonina especificada y una acidez de 2,0 o menos, por ejemplo, usando cáscara de fruta cítrica de la que se ha eliminado la capa superficial superior en un espesor tal que no se rompan los sacos de aceite (es decir, la cáscara de fruta cítrica reducida en rutina) y un disolvente tal como agua.

5 BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La Fig. 1 es una sección transversal de una fruta cítrica.

La Fig. 2 muestra una vista a escala ampliada de una parte de la Fig. 1. La capa superficial superior 1 va a eliminarse en la invención.

La Fig. 3 muestra fotografías del aspecto de frutas cítricas antes y después de eliminar la capa superficial superior. En cada fotografía, la de la izquierda es antes de la eliminación y la de la derecha es después de la eliminación. La fotografía superior muestra limón, la segunda es lima, la tercera es uva blanca y la inferior es naranja.

MODOS PARA LLEVAR A CABO LA INVENCIÓN

<Aceites esenciales de la cáscara>

15 La composición de la presente invención contiene aceites esenciales de la cáscara en cantidades que oscilan del 0,2 al 3,5 % en volumen de la cantidad total de la composición. Los aceites esenciales de la cáscara son una clase de compuestos aromáticos que se recogen principalmente de las cáscaras de frutas cítricas. Los aceites esenciales de frutas se basan en compuestos terpénicos tales como monoterpenos y sesquiterpenos y se diferencian de los aceites y las grasas que se basan en glicéridos.

20 Los aceites esenciales pueden recogerse de plantas por diversos métodos que incluyen destilación con vapor, expresión, extracción con disolvente, enflorado, maceración y extracción supercrítica. Aunque los aceites esenciales de la cáscara que van a usarse en la presente invención pueden obtenerse por cualquiera de estos métodos, es preferible

25 usar los componentes del aceite esencial que se obtienen por expresión.

El término "expresión", como se usa en el presente documento, se refiere a un método en el que se aplica una fuerza física a la cáscara de una fruta de manera que se obtenga un aceite esencial de las células de aceite presentes en la porción coloreada de la cáscara. En un ejemplo conocido del proceso de expresión, la cáscara se daña mecánicamente

30 para romper los sacos de aceite, de los que se extrae un aceite esencial (Florida Citrus Oils, Kesterson y col., Technical Bulletin 749, diciembre de 1971, pp15-20). Como se describirá después, la cáscara que contiene un aceite esencial puede emulsionarse

aplastando en agua y este método también se incluye en el proceso de expresión. La cáscara del cítrico incluye una porción de flavedo de color oscuro y una porción de albedo fibrosa blanca, conteniendo el flavedo muchos sacos de aceite que contienen una gran cantidad de aceite esencial (véase la Fig. 1 citada en “Kajitsu no Jiten (Diccionario de las Frutas)”, publicado por Asakura Shoten, 2008, p. 198). En la presente invención, la cáscara, o el flavedo en particular, se recoge y, emulsionando la cáscara que contiene los sacos de aceite a medida que se aplasta en agua, puede obtenerse una composición líquida que contiene el aceite esencial de la cáscara. En el proceso, la cáscara o flavedo se recoge preferentemente de tal forma que los sacos de aceite se mantengan intactos en la medida de lo posible hasta que se rompan dentro del agua. Manteniendo los sacos de aceite intactos hasta que se emulsionen en agua, puede prevenirse que el aceite esencial en los sacos de aceite se ponga en contacto directo con el oxígeno para reducir la posibilidad de que los componentes de aroma en el aceite esencial puedan deteriorarse tras la oxidación. El aceite esencial de la cáscara así obtenido es ventajoso porque es menos susceptible al calor y al oxígeno y porque, por tanto, los componentes de aroma experimentarán menos deterioro. Cuando se emplea el método de prensado en frío u otra técnica convencional para obtener un aceite esencial de la cáscara, es necesario sacar un aceite esencial de los sacos de aceite antes de que se complete el proceso, de manera que sus componentes de aroma pueden deteriorarse bajo la acción directa del oxígeno.

La frutas que van a usarse para obtener aceites esenciales de la cáscara pueden ser tanto del género *Citrus* como del género *Fortunella*, ambos de los cuales se consumen generalmente como alimento; para obtener los máximos efectos de la presente invención, se prefiere particularmente el género *Citrus*. Ejemplos específicos del género *Citrus* incluyen: cítricos ácidos sabrosos (*Citrus limon*, *Citrus aurantifolia*, *Citrus junos*, *Citrus sphaerocarpa*, *Citrus aurantium*, *Citrus sudachi*, *Citrus depressa*, *Citrus medica*, *Citrus medica var. sarcodactylus* (mano de Buda), etc.); naranjas (*Citrus sinensis*) (naranja de Valencia, naranja Navel, naranja sanguina, etc.); uvas (*Citrus paradisi*) (marsh, ruby, etc.); otros cítricos (*Citrus natsudaikai*, *Citrus hassaku*, *Citrus tamurana*, *Citrus grandis x paradisi* (Oroblanco), *Citrus reticulata cv. Dekopon*, etc.); tangores (*Citrus iyo*, *Citrus tankan*, *Citrus unshiu x sinensis*, *Citrus sinensis* (Harumi), etc.); tangelos (*Citrus x tangelo cv. Seminol*, *Citrus sinensis* (Minneola), etc.); buntanos (*Citrus maxima*, *Citrus grandis* (Banpeiyu), etc.); mandarinas Satsuma (naranja mandarina, *Citrus kinokuni*, *Citrus unshiu*, *Citrus reticulata cv. Ponkan*, *Citrus tachibana*, etc.) El género *Fortunella* incluye *Fortunella crassifolia*, *Fortunella japonica*, *Fortunella margarita*, etc. En particular, se

5 prefieren aquellas frutas cítricas cuyo propio zumo es tan fuerte en acidez que no puede incorporarse en grandes cantidades en bebidas para su uso en la presente invención. Ejemplos de tales frutas cítricas incluyen aquellas que tienen zumo con una acidez de al menos el 1,5 %, preferentemente al menos el 2,0 %, más preferentemente al menos el

10 3,0 %, e incluso más preferentemente al menos el 4,0 %. Frutas cítricas que tienen contenidos de azúcar muy bajos (o contenidos de sólidos solubles) en comparación con la acidez también se prefieren en la presente invención ya que presentan un sabor agrio perceptible relativamente fuerte. Ejemplos de tales frutas cítricas que tienen contenidos de

15 azúcar muy bajos en comparación con la acidez incluyen aquellas que tienen una relación de Brix-ácido de 10 o menos, preferentemente 8 o menos, más preferentemente 5 o menos, y particularmente preferentemente 3 o menos. La acidez como se usa en el presente documento se determina midiendo primero el contenido de ácidos orgánicos tales como ácido cítrico y ácido málico por valoración por neutralización con hidróxido

20 sódico, calculando la misma en términos de ácido cítrico y expresando el valor convertido en porcentaje. La relación de Brix-ácido se refiere a Brix (un valor indicado en porcentaje tras la medición con un refractómetro de azúcar) dividido entre la acidez. La Tabla 1 enumera los valores de Brix, acidez y relación de Brix-ácido para frutas cítricas típicas. Frutas que son ventajosas para la presente invención se ejemplifican por cítricos ácidos sabrosos tales como *Citrus limon*, *Citrus aurantifolia*, *Citrus sudachi*, *Citrus sphaerocarpa*, *Citrus depressa* y *Citrus junos*.

[Tabla 1]

<Valores de acidez y Brix de frutas cítricas>

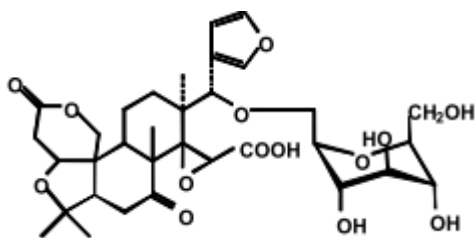
| Tipos de cítricos | Brix (%) | Acidez (%) | Relación de Brix-ácido |
|----------------------------|----------|------------|------------------------|
| <i>Citrus limon</i> | 7,00 | 4,50 | 1,56 |
| <i>Citrus aurantifolia</i> | 9,10 | 6,00 | 1,52 |
| <i>Citrus junos</i> | 8,90 | 4,28 | 2,08 |
| <i>Citrus sphaerocarpa</i> | 9,10 | 4,40 | 2,07 |
| <i>Citrus sudachi</i> | 8,20 | 6,63 | 1,24 |
| <i>Citrus depressa</i> | 9,20 | 4,18 | 2,20 |
| <i>Citrus sinensis</i> | 11,0 | 0,80 | 13,75 |
| <i>Citrus paradisi</i> | 9,90 | 1,36 | 7,28 |
| <i>Citrus natsudaidai</i> | 11,1 | 1,51 | 7,35 |
| <i>Citrus tamurana</i> | 10,2 | 1,88 | 5,43 |

| | | | |
|---|------|------|-------|
| <i>Citrus reticulata</i> cv. <i>Dekopon</i> | 14,4 | 1,39 | 10,36 |
| <i>Citrus iyo</i> | 12,1 | 1,05 | 11,52 |
| <i>Citrus unshiu</i> × <i>sinensis</i> | 12,0 | 0,97 | 12,37 |
| <i>Citrus maxima</i> | 10,3 | 1,13 | 9,11 |
| <i>Citrus unshiu</i> | 10,2 | 0,72 | 14,17 |
| <i>Citrus reticulata</i> cv. <i>Ponkan</i> | 10,0 | 0,73 | 13,70 |

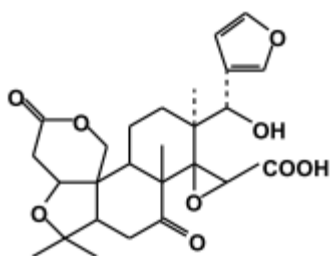
La concentración del aceite esencial en la composición líquida oscila del 0,2 al 3,5 % en volumen de la cantidad total de la composición. Preferentemente, oscila del 0,3 al 3,0 % en volumen, más preferentemente del 0,4 al 2,5 % en volumen, incluso más preferentemente del 0,4 al 2,0 % en volumen, y particularmente preferentemente del 0,4 al 1,5 % en volumen. La concentración del aceite esencial de la cáscara en la composición puede medirse con un aparato de ensayo de aceites esenciales, o un sistema de destilación usando un dispositivo de cuantificación de aceites esenciales, como se describirá más adelante en los ejemplos.

10 <Limonina>

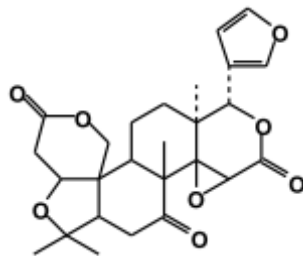
La composición de la presente invención comprende limonina. La limonina es conocida por estar presente en frutas en forma de glucósido (glucósido de limonina; Fórmula 1) o una forma obtenida eliminando el azúcar del glucósido (lactona de anillo A de limonoato; Fórmula 2). Ni el glucósido de limonina ni la lactona de anillo A de limonoato presentan amargor. Se sabe que, después de haberse exprimido el zumo de frutas, la lactona de anillo A de limonoato se cierra bajo la condición ácida del zumo y se convierte en limonina (7,16-dioxo-7,16-didesoxilimondiol, C₂₆H₃₀O₈; Fórmula 3), que produce amargor intenso.



Fórmula 1



Fórmula 2



Fórmula 3

La concentración de limonina en la composición de la presente invención está preferentemente en el intervalo de 10-300 mg/kg/ácido, más preferentemente en el intervalo de 15-200 mg/kg/ácido, e incluso más preferentemente en el intervalo de 20-150 mg/kg/ácido. La unidad "mg/kg/ácido" se obtiene de la concentración de limonina en la composición (mg/kg) como resultado de dividirla entre la acidez de la composición. La acidez como se usa en el presente documento se determina midiendo primero el contenido de ácidos orgánicos en la composición por valoración por neutralización con hidróxido sódico, calculando la misma en términos de ácido cítrico y expresando el valor convertido en porcentaje. En la presente invención, la concentración de limonina en la composición se refiere a la concentración de la sustancia de fórmula 3.

La concentración de limonina en la composición líquida puede ajustarse añadiendo una limonina comercialmente disponible a la composición. Alternativamente, como se entenderá a partir del método que va a describirse después, puede obtenerse el mismo resultado emulsionando la cáscara o flavedo que contiene el aceite esencial a medida que se aplastan dentro del agua de manera que la limonina procedente de la fruta se extraiga en la composición líquida. La concentración de limonina en la composición líquida puede medirse usando CL-EM, como se describirá después en los ejemplos.

La limonina en la composición líquida de la presente invención procede preferentemente de frutas cítricas, aunque éste no es el único ejemplo de limonina que puede usarse en la presente invención. Usando la limonina procedente de la cáscara y combinándola con el aceite esencial de la cáscara, se obtendría una composición cuyo aroma y sabor es incluso más parecido al de las frutas cítricas naturales.

<Rutina>

La composición de la presente invención comprende rutina. La concentración de rutina en la composición de la presente invención está en el intervalo 10-50 mg/kg/ácido, preferentemente en el intervalo de 15-45 mg/kg/ácido. Incorporando rutina en la composición líquida a un cierto intervalo de concentración, puede reducirse el amargor de

la limonina. Sin embargo, en un caso en el que la limonina está presente junto con la rutina que tiene una cierta proporción o más, el intenso amargor de la limonina puede incluso aumentarse por la rutina. La relación de peso de rutina con respecto a limonina (rutina/limonina) es preferentemente 1 o menos, más preferentemente 0,8 o menos, todavía más preferentemente 0,6 o menos. El término "intenso amargor" como se usa en el presente documento se refiere a un estímulo físico producido por el encogimiento de la mucosa de la lengua y representa amargor excesivo o desagradable que se diferencia del amargor moderado aceptable como estímulo químico. En general, se sabe que las sustancias amargas en pequeñas cantidades, no superiores a sus umbrales, proporcionan a los alimentos y platos aromas y sabores ricos complejos. También se sabe que el amargor tiene un efecto de contraste con el dulzor. Sin embargo, el amargor de la limonina en la cáscara y otras frutas cítricas es un amargor excesivo irritante que se percibe frecuentemente como desagradable. La presente invención puede reducir selectivamente este "intenso amargor" suprimiendo la relación de rutina con respecto a limonina para que sea 1 o menos.

La rutina (quercetin-3-glucósido, fórmula molecular $C_{27}H_{30}O_{16}$) es un tipo de glucósidos de flavona y se sabe que está contenida en trigo sarraceno (*Fagopyrum esculentum*), espárrago, etc., y también se sabe que está contenida en la cáscara y otras frutas cítricas. La rutina en la composición líquida de la presente invención procede preferentemente de frutas cítricas, aunque éste no es el único ejemplo de rutina que puede usarse en la presente invención. La concentración de rutina puede ajustarse añadiendo una cierta cantidad de rutina comercialmente disponible a la composición que contiene el aceite esencial de la cáscara y limonina o eliminando una cantidad apropiada de rutina de la composición. Como se entenderá a partir del método que va a describirse después, la composición líquida puede obtenerse emulsionando la cáscara o flavedo que contiene el aceite esencial a medida que se aplastan dentro del agua de manera que el aceite esencial procedente de la cáscara y la limonina se extraigan en la composición líquida. En este caso, normalmente, también se extrae una gran cantidad de rutina en la composición líquida, de manera que necesita eliminarse una cantidad apropiada de rutina para limitar la relación de rutina/limonina para que se encuentre dentro de los intervalos anteriormente mencionados. A este respecto, los presentes inventores han encontrado un método conveniente para limitar la relación de rutina/limonina en la composición para que se encuentre dentro de los intervalos anteriormente mencionados, concretamente, han encontrado que la concentración de rutina puede reducirse eliminando la capa superficial superior de la cáscara muy finamente (a un espesor tal que los sacos de aceite se

mantengan intactos) antes de aplastar la cáscara o flavedo dentro del agua. Aunque ya se sabía que la rutina está contenida en la cáscara de frutas cítricas, los presentes inventores descubrieron por primera vez que el contenido de rutina es alto, en particular, próximo a la superficie externa de la cáscara. La concentración de rutina en la composición líquida puede medirse usando CL-EM, como se describirá después en los ejemplos.

<Acidez>

Si los aceites esenciales de la cáscara de frutas cítricas se ponen bajo condiciones de alta acidez, se deteriorarán fácilmente oliendo como productos químicos. La composición de la presente invención, que es de acidez reducida, puede usarse como composición de aroma que es natural y fresca con menos deterioro. La composición de la presente invención tiene una acidez del 2,0 % o menos, preferentemente del 0,1-1,5 %, más preferentemente del 0,2-1,2 %, e incluso más preferentemente del 0,2-1,0 %. Los presentes inventores encontraron que el intenso amargor de la composición podría reducirse adicionalmente eficazmente ajustando la acidez de la composición para que se encuentre dentro de los intervalos anteriormente establecidos, además de reducir la relación de rutina/limonina a 1 o menos. Como se ha establecido anteriormente, la "acidez" como se usa en el presente documento se determina midiendo primero el contenido de ácidos orgánicos tales como ácido cítrico y ácido málico por valoración por neutralización con hidróxido sódico, calculando la misma en términos de ácido cítrico y expresando el valor convertido en porcentaje en masa. El zumo de frutas triturado de alta acidez tiene el problema de que no puede incluirse en grandes cantidades en bebidas, ya que las bebidas se vuelven tan agrias que no son fáciles de beber. A este respecto, la composición líquida con baja acidez de la presente invención es ventajosa no solo porque se reduce el intenso amargor perceptible de la limonina, como se ha descrito anteriormente, sino también porque grandes cantidades de componentes de aroma de aceites esenciales de frutas pueden incorporarse en las bebidas debido a que la composición puede incorporarse en grandes cantidades en las bebidas.

La composición líquida de la presente invención que tiene una cantidad especificada de aceite esencial de frutas, una relación de rutina/limonina de 1 o menos y una acidez del 2,0 % o menos puede producirse, por ejemplo, usando cáscara de fruta cítrica de la que se ha eliminado la capa superficial superior en un espesor tal que no se rompan los sacos de aceite (es decir, la cáscara de fruta cítrica reducida en rutina) y un disolvente tal como agua.

<Composición líquida>

La composición de la presente invención está en un estado líquido a temperatura ambiente bajo presión atmosférica. Preferentemente, la composición comprende agua como disolvente principal. La composición tiene preferentemente un pH inferior a 5. La
5 condición de pH bajo es ventajosa para suprimir el crecimiento de microorganismos de degradación.

Como se describirá después en una forma más específica, un método posible para producir la composición líquida de la presente invención comprende el siguiente procedimiento: la cáscara o flavedo que tiene sacos de aceite que contienen un aceite
10 esencial se emulsiona a medida que se aplasta en agua, tras lo cual el aceite esencial de frutas se saca de los sacos de aceite en el agua y, al mismo tiempo, la limonina se extrae de la cáscara en el agua. Como resultado, la composición líquida puede producirse sin incluir ningún componente distinto de la fruta y agua y sirve de saborizante líquido caracterizado por “no usar aditivos alimentarios”. Por el término “no se usan aditivos” se
15 indica que ninguno de los aditivos en la “Lista de Productos en el Registro de Aditivos Existentes” especificada en el Acta Japonesa de Sanidad Alimentaria se ha añadido “externamente”.

La composición líquida de la presente invención puede incorporarse en alimentos y bebidas con el fin de saborizarlos. En el caso de bebidas, por ejemplo, la composición
20 puede incorporarse a concentraciones que oscilan del 0,1 al 15 % en peso, preferentemente del 0,2 al 10 % en peso, dependiendo del sabor que vaya a conferirse. Siendo una composición acuosa que es baja tanto en acidez sola como tanto en acidez como Brix y que es relativamente alta en el contenido de aceite esencial de la cáscara, la composición líquida de la presente invención tiene la ventaja de que puede incorporarse
25 en bebidas en cantidades suficientemente grandes para garantizar que los componentes de aroma del aceite esencial de la cáscara estén ampliamente contenidos en las bebidas. Particularmente en el caso de producir bebidas con el sabor de fruta cítrica de alta acidez, el aroma de la fruta puede reproducirse completamente dentro de las bebidas. La composición líquida de la presente invención también puede usarse para conferir el sabor
30 de la fruta al té negro u otras bebidas de té. Las bebidas en las que la composición líquida de la presente invención puede usarse no están particularmente limitadas y pueden incluir diversos tipos tales como bebidas alcohólicas, bebidas sin alcohol, bebidas carbonatadas, bebidas que contienen zumo y bebidas basadas en té. Merece mención particular que si la composición líquida no contiene alcohol (etanol), puede usarse

ventajosamente para saborizar bebidas sin alcohol. En particular, puede usarse ventajosamente para saborizar bebidas (bebidas no alcohólicas) de bajo contenido de zumo que está en el intervalo de aproximadamente el 1-30 % en peso, preferentemente el 1-20 % en peso, y más preferentemente el 1-10 % en peso, y esto permite la
5 fabricación de bebidas que reproducen la fragancia de frutas naturales. Usando la composición líquida de la presente invención, también es posible fabricar bebidas que no contienen aditivos sintéticos tales como sabores y tensioactivos sintéticos.

<Método de producción>

La composición líquida de la presente invención puede producirse ajustando las
10 cantidades del aceite esencial de la cáscara, limonina y rutina, además de la acidez. Si se desea, la composición puede producirse usando solo una fruta o frutas y agua según el método descrito a continuación, que se facilita aquí para fines ilustrativos solo y no es el único ejemplo que puede emplearse. La composición líquida que consiste únicamente en componentes procedentes de la fruta y agua presenta un aroma más parecido al de una
15 fruta natural y, por tanto, se prefiere.

Primero, se elimina la capa superficial superior de la cáscara de una fruta cítrica cortando en rebanadas la cáscara de forma suficientemente fina para no romper los sacos de aceite en el flavedo. Los presentes inventores encontraron que el contenido de rutina es alto, en particular, en la capa superficial superior de la cáscara; que la rutina aumenta el
20 intenso amargor de la limonina en la cáscara; y que, eliminando la capa superficial superior de la cáscara, la concentración de rutina puede reducirse selectivamente para así reducir el intenso amargor de la cáscara. La capa superficial superior es la porción 1 mostrada en la Fig. 2. En general, la capa superficial superior tiene un espesor de dentro de 1 mm de la superficie externa de la cáscara, preferentemente dentro de 0,9 mm, más
25 preferentemente dentro de 0,8 mm, todavía más preferentemente dentro de 0,7 mm, dependiendo de los tipos y tamaños de las frutas, y es delgada a un grado que la mayoría de los sacos de aceite siguen sin romperse. Eliminando la capa superficial superior de tal forma que los sacos de aceite se mantengan intactos en la medida de lo posible, los componentes de aroma en los sacos de aceite pueden mantenerse mientras que se
30 reduce el amargor de la cáscara. Además, aunque se sabe que los componentes de aroma contenidos en el aceite esencial en los sacos de aceite (aceite de la cáscara) pueden oxidarse y deteriorarse fácilmente, tal deterioro del aceite esencial puede reducirse manteniendo los sacos de aceite intactos en la medida de lo posible para prevenir que el aceite esencial se ponga directamente en contacto con la atmósfera

(oxígeno). Cuando se elimina la capa superficial superior, es preferible que más del 50 % del número de los sacos de aceite siga sin romperse, más preferentemente el 70 % o más, y todavía más preferentemente el 90 % o más. Los sacos de aceite pueden observarse tanto con un microscopio óptico como a simple vista. La capa superficial superior de la cáscara se elimina preferentemente en un área que representa el 50 % o más del área superficial externa total de la cáscara, más preferentemente el 80 % o más, todavía más preferentemente el 90 % o más. También puede observarse a simple vista si la capa superficial superior se eliminó. Si la capa superficial superior de la cáscara se ha eliminado, el color de la superficie externa de la cáscara cambia ligeramente. Por ejemplo, en limones y naranjas, se reduce la rojez y aumentan ligeramente la blancura y la amarillez, o el color se vuelve verdoso.

En el proceso de eliminación de la capa superficial superior de cáscara, el uso de herramientas tales como cuchillos o peladores domésticos no es preferible debido a que los sacos de aceite podrían romperse. Como método para cortar únicamente en rebanadas la capa superficial superior sin romper los sacos de aceite de la cáscara, es preferible usar máquinas peladoras de tambor giratorio para vegetales de raíz como la patata. Estas máquinas peladoras se desvelan en la memoria descriptiva de patente JP nº 4497427, memoria descriptiva de patente JP nº 4247923, memoria descriptiva del registro de modelo de utilidad JP nº 3084921, y otros. Una máquina peladora de tambor giratorio tiene un par de tambores giratorios cilíndricos que giran hacia afuera entre sí en la parte superior. En la presente invención, es preferible usar una máquina peladora sin que tenga proyecciones tales como cuchillas o puntas sobre sus tambores giratorios. Si una máquina peladora que tiene tales proyecciones sobre sus tambores giratorios se usa para pelar frutas cítricas, los sacos de aceite en la cáscara podrían destruirse. Como tambor giratorio sin tales proyecciones puede usarse preferentemente, por ejemplo, un tambor que tiene una superficie perforada con muchos orificios.

Segundo, se recoge la cáscara por una técnica comúnmente empleada de la fruta de la que se ha eliminado la capa superficial superior. La cáscara recogida consiste en una porción de flavedo de color oscuro que tiene sacos de aceite y una porción de albedo fibrosa blanca que no contiene sacos de aceite, la porción de albedo de la cáscara tiene menos componentes de aroma que la porción de flavedo; además, dependiendo de la fruta de la que se derive, la porción de albedo puede presentar un sabor amargo. Así, cuando se recoge la cáscara, la porción de flavedo puede recogerse después de haberse eliminado la mayoría de la porción de albedo de la cáscara. En este proceso, una

pequeña cantidad de la porción de albedo puede llegar a incluirse en la porción de flavedo. En el proceso de recogida de la cáscara o flavedo, se prestará preferentemente atención para garantizar que los sacos de aceite en el flavedo se destruyan lo mínimo. No destruyendo los sacos de aceite, el contenido de aceites esenciales en los sacos de
5 aceite puede protegerse del deterioro oxidativo.

A continuación, la cáscara recogida o flavedo de la que se ha eliminado la capa superficial superior se mezcla con agua. La relación de mezcla de agua con respecto a cáscara (en peso) está preferentemente en el intervalo de aproximadamente 0,5:1 a
10 aproximadamente 2,5:1, más preferentemente de aproximadamente 0,6:1 a aproximadamente 1,8:1, incluso más preferentemente de aproximadamente 0,7:1 a aproximadamente 1,5:1, y particularmente preferentemente de aproximadamente 0,7:1 a aproximadamente 1:1. En este caso, una parte de la fruta que contiene pectina (por ejemplo, albedo o la membrana del segmento) puede mezclarse en pequeñas cantidades. Después de mezclar la cáscara con agua, puede usarse un aparato tal como
15 una mezcladora u homogeneizador que puede dispersar la cáscara en el agua mientras que la tritura en trozos para formar una emulsión en agua del contenido de aceites esenciales en los sacos de aceite en la cáscara y para extraer componentes tales como glicerofosfolípidos y pectina de la cáscara en agua, por lo que mejora la estabilidad de la emulsión de gotas de aceite (componentes de aceites esenciales). Si la cáscara o flavedo
20 recogida teniendo cuidado de mantener los sacos de aceite intactos en la medida de lo posible se mezcla con agua y el aceite esencial se emulsiona mientras que se rompen los sacos de aceite dentro del agua, puede evitarse el contacto directo del aceite esencial con la atmósfera para reducir su deterioro. De la mezcla resultante de agua y la cáscara rota, el contenido de sólidos se elimina centrífugamente o de otro modo dando una
25 composición líquida. La composición líquida así obtenida consiste únicamente en agua y los componentes de fruta y, en ausencia de cualquiera sabor extraño debido a componentes distintos de la fruta, presenta un aroma y sabor que se parecen a aquellos de la fruta natural. Como otra ventaja, durante la producción de la composición líquida, los componentes de aroma experimentarán menos deterioro oxidativo y la composición
30 producida presenta un aroma y sabor fresco.

EJEMPLOS

En las siguientes páginas, se facilitan varios ejemplos de la presente invención, pero debe entenderse que la presente invención no se limita ni mucho menos a estos ejemplos.

(1) Medición del contenido de sólido soluble

Se realizó la medición del contenido de sólido soluble (Brix: %) con un refractómetro digital (fabricado por ATAGO CO., LTD.; modelo n° RX-5000α) a 20 °C.

(2) Medición de la acidez

- 5 Se diluyeron diez gramos de una composición líquida a un volumen indicado, preparando así una disolución de prueba. Se valoró una cantidad dada de una disolución de prueba con una disolución patrón de hidróxido sódico 0,1 mol/l usando fenolftaleína como indicador del pH y la acidez valorable se calculó por la siguiente fórmula:

$$\text{Acidez (\%)} = K \times (T - B) \times F \times (100/A) \times (1/W) \times 100$$

- 10 K: calculada para ácido cítrico = 0,0064

T: la cantidad de disolución de hidróxido sódico 0,1 mol/l usada para la valoración (ml)

B: la cantidad de disolución de hidróxido sódico 0,1 mol/l usada para la valoración en la misma cantidad de agua (ml)

F: el factor de disolución del hidróxido sódico 0,1 mol/l

- 15 A: el volumen de muestra tomado para la valoración (ml)

W: el peso de muestra tomado para la preparación (g).

(3) Medición del contenido de aceites esenciales

- 20 Para medir el contenido de aceites esenciales en la composición, se usó un aparato que cuantifica los aceites esenciales. Se cargó un matraz redondo equipado con un condensador que puede atrapar el aceite esencial con 100 ml de la composición líquida, 2 l de agua destilada y perlas de ebullición; se realizó destilación atmosférica con calentamiento a aproximadamente 100 °C durante una hora y la cantidad del aceite esencial (ml) recogida en el tubo de captura se midió para calcular el contenido del aceite esencial.

- 25 (4) Medición de limonina y rutina

Se analizaron limonina y rutina usando CL-EM.

(Preparación de muestras)

Se prepararon muestras para el análisis por los siguientes métodos. Primero, se pesaron

10 g de la composición líquida en un tubo de vidrio de centrifuga (A). Obsérvese que cuando la composición líquida tuvo un valor Brix del 10 % o más, se pesaron 5 g; en el caso del 20 % o más, se pesaron 25 g; y en el caso del 30 % o más, se pesó 1 g; en cualquier caso, la composición líquida pesada se diluyó a 10 ml con agua destilada para

5 cromatografía de líquidos. Posteriormente, se añadieron 20 ml de etanol para cromatografía de líquidos y la mezcla se agitó vigorosamente con una mezcladora con vórtex durante un minuto o más. Cuando la alta viscosidad previno la mezcla eficaz, opcionalmente se realizó agitación manual vigorosa. La mezcla íntima se sometió a una centrifuga (1620 G x 30 min a 20 °C) y el sobrenadante se transfirió a otro tubo de vidrio

10 de centrifuga (B). Al precipitado se añadieron 20 ml de etanol para cromatografía de líquidos y después de romper los sólidos sueltos suficientemente con un dispositivo adecuado tal como una cuchara dispensadora, la mezcla se agitó vigorosamente con una mezcladora con vórtex durante un minuto o más. Después de la centrifugación con una centrifuga (1620 G x 30 min a 20 °C), el sobrenadante se cargó en el tubo de centrifuga

15 (B). Los sobrenadantes recogidos en el tubo de centrifuga (B) se centrifugaron adicionalmente (1620 G x 30 min a 20 °C) y el sobrenadante resultante se transfirió a un matraz aforado de 50 ml y se diluyó con etanol hasta la línea marcada. El sobrenadante bien mezclado se diluyó adicionalmente 10 veces con etanol para cromatografía de líquidos y se pasó a través de un filtro de PTFE lavado con etanol preliminar (producto de

20 Toyo Roshi Kaisha, LTD; ADVANTEC DISMIC-25HP 25HP020AN, con un tamaño de poro de 0,20 µm y un diámetro de 25 mm) para preparar muestras para el análisis.

(Condiciones para el análisis por CL)

Aparato de HPLC: serie Nexera XR (producto de Shimadzu Corporation; equipado con controlador del sistema, CBM-20A; bomba de alimentación, LC-20ADXR; desgasificador

25 en línea, DGU-20A3; inyector automático, SIL-20ACXR; horno de la columna, CTO-20A; y detector de UV/VIS, SPD-20A)

Columna: CAPCELL CORE AQ (tamaño de partícula, 2,7 µm; diámetro interno, 2,1 mm x 150 mm; producto de Shiseido Company, Limited)

Fase móvil A: disolución acuosa al 0,1 % de ácido fórmico

30 Fase móvil B: acetonitrilo

Velocidad de flujo: 0,6 ml/min

Condiciones del gradiente de densidad: 0,0-0,5 min (15 % de B) → 6,0 min (25 % de B),

con 10,0 min (75 % de B) → 10,1-11,0 min (100 % de B), con 3,0 min de equilibrado por la fase móvil inicial

Temperatura de la columna: 40 °C

Inyección de muestras: inyectadas en un volumen de 2,0 µl

5 Carga de muestra en el espectrómetro de masas: 1,8-11,0 min

(Condiciones para espectroscopía de masas)

Espectrómetro de masas: 4000 Q TRAP (producto de AB Sciex)

Método de ionización: ESI (Turbo Spray), modo positivo

10 Condiciones de la cámara de ionización: CUR, 10; IS, 5500; TEM, 650; GS1, 80; GS2, 60; ihe, ON; CAD, Medio

Método de detección: modo MRM

Condiciones de detección: (Q1 → Q3, DP, CE, CXP, EP):

Rutina (611,2 → 303,1, 76, 25, 12, 10)

Limonina (471,2 → 425,1, 101, 29, 12, 10)

15 Tiempo de detección de picos: Estando sujeto a confirmación con muestras patrón, pueden darse los siguientes datos como guía.

Rutina (3,01 min), limonina (8,80 min)

(Método de cuantificación)

20 Se compraron muestras patrón de Wako Pure Chemical Industries, Ltd. Se usaron al menos tres disoluciones de muestra patrón de diferentes concentraciones y la cuantificación se realizó por el método de calibración absoluta basado en las áreas de picos obtenidas. En el caso de las mediciones que acabaron dando valores que estuvieron fuera de los intervalos de las curvas de calibración, el factor de dilución con etanol en la etapa final de la preparación de muestras para análisis se ajustó
25 apropiadamente para realizar otra medición.

<Ejemplo 1>

(1) Producción de composición de aroma de limón

Usando un pelador de tambor giratorio para vegetales de raíz, se eliminó la capa superficial superior de un limón entero de forma que permanecieran intactos el 90 % o más de los sacos de aceite. El producto procesado de limón obtenido se cortó en mitades y la mayor parte de la pulpa, pepitas, membranas del segmento y albedo se eliminó de la cáscara para obtener flavedo del que se eliminó la capa superficial superior. El flavedo obtenido se mezcló con agua a una relación de peso de 1:1 y la mezcla se trituro con una mezcladora de zumo comercial, prestándose atención para garantizar que la mezcla no tuviera una consistencia similar a pasta; después de agitar a temperatura ambiente durante 30 minutos, la mezcla se pasó a través de un colador de 40 de malla para efectuar la separación sólido-líquido. La fase líquida se homogeneizó después a 0,2 MPa y los sólidos insolubles se eliminaron de la suspensión resultante por centrifugación (6000 G x 5 min) y a continuación se pasteurizaron calentando a 90 °C durante un minuto para así preparar una composición líquida (Producto de la invención 1). Se produjo una composición líquida (Ejemplo comparativo 1) por el mismo método que se usa para producir el Producto de la invención 1, excepto que no se eliminó la capa superficial superior de un limón entero. El Producto de la invención 1 y el Ejemplo comparativo 1 se compararon entre sí y los resultados se muestran en la Tabla 3 a continuación. Los diversos componentes se midieron por los métodos descritos anteriormente. En el Producto de la invención 1 sin la capa superficial superior, el contenido de rutina con respecto al ácido se redujo enormemente.

(2) Evaluación sensorial

Se probaron el Producto de la invención 1 y el Ejemplo comparativo 1 chupándolos directamente y se evaluaron para su sabor. Los atributos del sabor evaluados fueron la intensidad del amargor irritante y la intensidad de un aroma fresco natural, y el sistema de clasificación fue en una escala de 5 puntos usando los criterios mostrados en la Tabla 2 a continuación. Los resultados se muestran en la Tabla 3. Aunque el producto de la invención tuvo una alta concentración de limonina, el amargor irritante en él se redujo espectacularmente en comparación con aquel en el ejemplo comparativo. Esto sugirió que, controlando la concentración de rutina con respecto a la acidez, la concentración de limonina con respecto a la acidez, y la relación de las mismas, podría obtenerse un líquido saborizante que tuviera una fragancia fresca y fuerte y todavía estuviera libre de amargor irritante.

Además, se produjeron bebidas de sabor a limón usando el Producto de la invención 1 y el Ejemplo comparativo 1 preparados en (1) anteriormente y se evaluaron para su sabor.

Las muestras se formularon según las recetas mostradas en la Tabla 4 de manera que también pudiera compararse el contenido de sólido soluble (Brix) o la contribución del contenido de aceites esenciales, y se envasaron en botellas y se pasteurizaron calentando a 85 °C durante 5 minutos para producir bebidas de sabor a limón. Los resultados se muestran en la Tabla 4. La bebida de sabor a limón producida por el uso del producto de la invención no se volvió tan agria que no fuera difícil de beber, aún cuando el producto de la invención se incorporó en una gran cantidad en la bebida. Además, esta bebida tuvo una fragancia fresca natural procedente de una fruta cítrica natural e incluso carecía de cualquier amargor irritante perceptible.

10 [Tabla 2]

| Puntuación | Grado |
|------------|-----------------------------|
| 4 | Intensamente percibido |
| 3 | Considerablemente percibido |
| 2 | Moderadamente percibido |
| 1 | Ligeramente percibido |
| 0 | No percibido |

[Tabla 3]

| | Producto de la invención 1 | Ejemplo comparativo 1 |
|--|----------------------------|-----------------------|
| Contenido de sólido soluble (Brix: %) | 4,2 | 5,7 |
| Acidez (%) | 0,38 | 0,67 |
| Contenido de aceites esenciales (%) | 0,45 | 1,10 |
| Contenido de limonina por acidez (mg/kg/ácido) | 111,8 | 67,1 |
| Contenido de rutina por acidez (mg/kg/ácido) | 47,1 | 92,7 |
| Relación de rutina/limonina | 0,4 | 1,4 |
| Evaluación del sabor (intensidad de amargor irritante) | 1 | 4 |
| Evaluación del sabor (intensidad de fragancia fresca) | 3 | 4 |

[Tabla 4]

15 (Unidad: g/l)

| | 1 | 2 | 3 |
|---|-----------------------|--------|----------------------------|
| Composición del aroma | Ejemplo comparativo 1 | | Producto de la invención 1 |
| | 7,4 | 4,1 | 10,0 |
| Azúcar granulado | 90,0 | 90,0 | 90,0 |
| Anhídrido del ácido cítrico | 1,5 | 1,5 | 1,5 |
| Agua purificada | c.s.p. | c.s.p. | c.s.p. |
| Evaluación del sabor (Intensidad de amargor irritante) | 4 | 3 | 0 |
| Evaluación del sabor (Intensidad de fragancia fresca) | 4 | 3 | 3 |

<Ejemplo 2>

(1) Producción de composición de aroma de limón

Usando una variedad de tipos de limones, se prepararon composiciones de aroma de limón en el mismo método que se usa para producir el Producto de la invención 1 del Ejemplo 1, y se realizaron análisis para diversos componentes. Los resultados se muestran en la Tabla 5.

(2) Evaluación sensorial

A disoluciones ajustadas con sacarosa y anhídrido del ácido cítrico a Brix 9,0 y acidez 0,15 % se añadieron respectivamente los Productos de la invención 2 a 11 preparados en (1) anteriormente en 10 g/l; a continuación, las muestras se envasaron en botellas y se pasteurizaron calentando a 85 °C durante 5 minutos para producir bebidas embotelladas con sabor a limón. Las bebidas obtenidas se evaluaron para su sabor del mismo modo que en el Ejemplo 1. Los Productos de la invención 2 a 11 que tienen acideces, concentraciones de rutina por acidez, concentraciones de limonina por acidez y relaciones de concentración de rutina/limonina que se ajustaron para encontrarse dentro de intervalos especificados tuvieron amargor irritante suprimido e incluso tuvieron un aroma fresco y agradable característico de fruta cítrica.

[Tabla 5]

| | Producto de la invención 2 | Producto de la invención 3 | Producto de la invención 4 | Producto de la invención 5 | Producto de la invención 6 |
|--|----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|
| Contenido de sólido soluble (Brix: %) | 4,8 | 4,6 | 4,1 | 4,5 | 4,5 |
| Acidez (%) | 0,63 | 0,63 | 0,57 | 0,67 | 0,57 |
| Contenido de aceites esenciales (%) | 0,70 | 0,65 | 0,45 | 0,55 | 0,80 |
| Contenido de limonina por acidez (mg/kg/ácido) | 96,2 | 68,7 | 43,1 | 42,8 | 52,0 |
| Contenido de rutina por acidez (mg/kg/ácido) | 20,7 | 19,8 | 18,6 | 11,4 | 18,4 |
| Relación de rutina/limonina | 0,2 | 0,3 | 0,4 | 0,3 | 0,4 |

| | Producto de la invención 7 | Producto de la invención 8 | Producto de la invención 9 | Producto de la invención 10 | Producto de la invención 11 |
|--|----------------------------|----------------------------|----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| Contenido de sólido soluble (Brix: %) | 4,1 | 3,9 | 4,1 | 3,9 | 4,2 |
| Acidez (%) | 0,52 | 0,36 | 0,60 | 0,58 | 0,60 |
| Contenido de aceites esenciales (%) | 0,45 | 0,45 | 0,40 | 0,38 | 0,50 |
| Contenido de limonina por acidez (mg/kg/ácido) | 92,8 | 138,5 | 111,8 | 29,7 | 81,7 |
| Contenido de rutina por acidez (mg/kg/ácido) | 17,3 | 39,0 | 47,1 | 17,2 | 13,9 |
| Relación de rutina/limonina | 0,2 | 0,3 | 0,4 | 0,6 | 0,2 |

REIVINDICACIONES

1. Una composición líquida que comprende un aceite esencial de la cáscara de frutas cítricas, limonina y rutina,
en la que el contenido del aceite esencial de la cáscara está en un intervalo del 0,2-3,5 %
5 en volumen de la cantidad total de la composición;
en la que la concentración de la limonina con respecto a la acidez está en el intervalo de 10-300 mg/kg/ácido;
en la que la concentración de la rutina con respecto a la acidez está en el intervalo de 10-50 mg/kg/ácido;
- 10 en la que la relación de peso de rutina con respecto a limonina (rutina/limonina) es 1 o menos; y
en la que la acidez es 2,0 % o menos.
2. La composición líquida según la reivindicación 1, en la que la limonina procede de una o más frutas cítricas.
- 15 3. La composición líquida según la reivindicación 1 o 2, en la que la rutina procede de una o más frutas cítricas.
4. Un método de obtención de la composición líquida definida según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que comprende usar un disolvente y una cáscara de fruta cítrica de la que se ha eliminado una capa superficial superior en un espesor tal que no
20 se rompan los sacos de aceite.
5. Una bebida que comprende la composición líquida según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 a una concentración en un intervalo del 0,1-15 % en peso basado en el peso total de la bebida.

Fig. 1

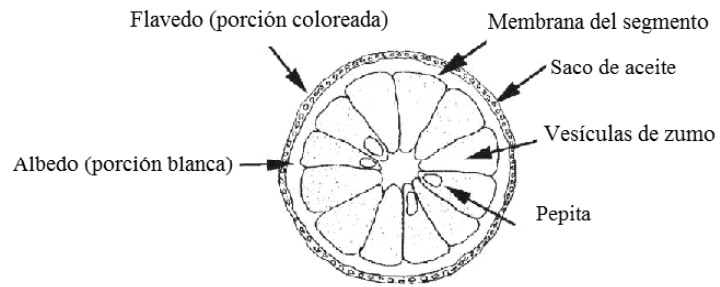


Fig. 2

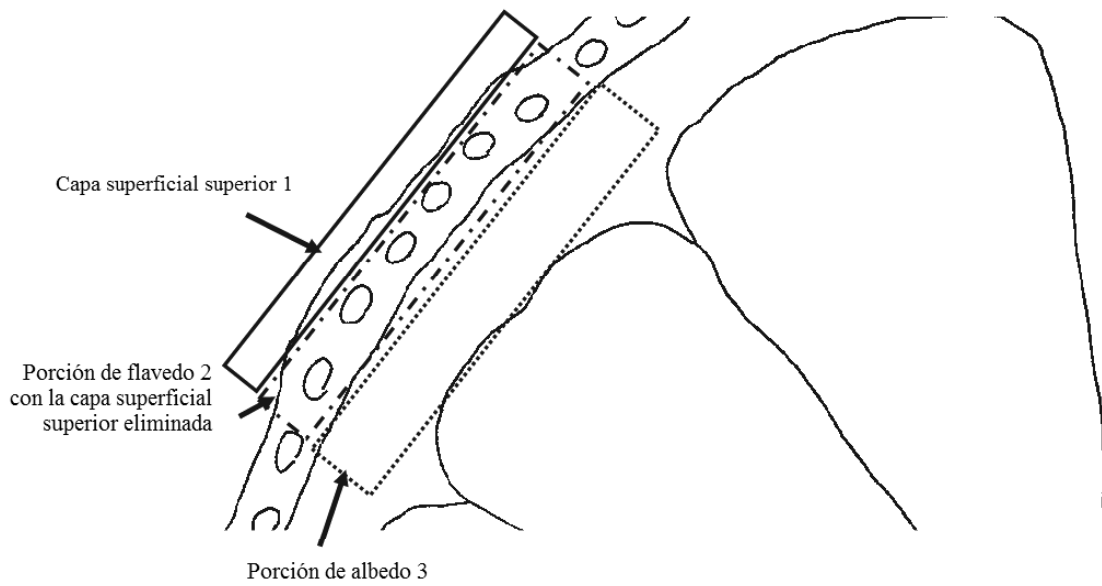
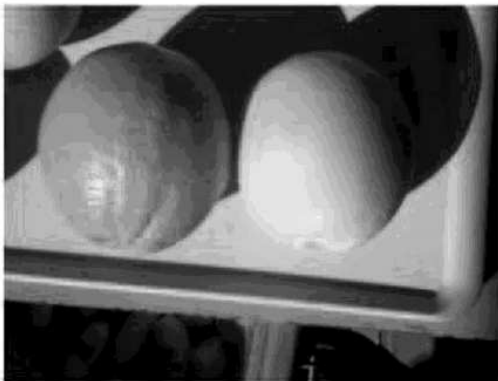
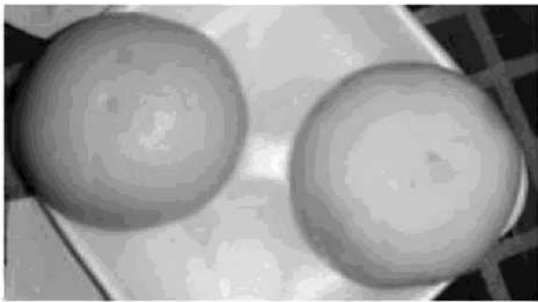
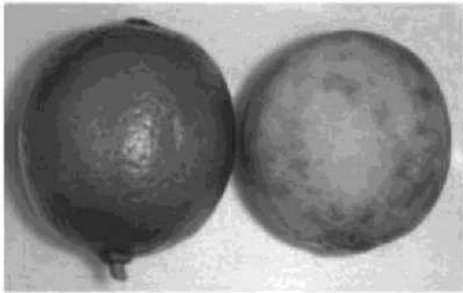
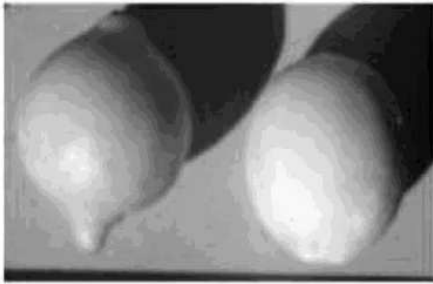


Fig. 3





②¹ N.º solicitud: 201530336

②² Fecha de presentación de la solicitud: 16.03.2015

③² Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤¹ Int. Cl.: Ver Hoja Adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

| Categoría | ⑤ ⁶ Documentos citados | Reivindicaciones afectadas |
|-----------|---|----------------------------|
| X | US 2010196549 A1 (RIVERA et al.) 05.08.2010, todo el documento. | 1-5 |
| X | US 2010196543 A1 (RIVERA et al.) 05.08.2010, todo el documento. | 1-5 |
| A | SIDANA J. et al. A Review on Citrus – “The Boon of Nature”. Int. J. Pharm. Sci. Rev. Res. 01.02.2013, Vol. 18(2), nº 04, páginas 20-27 (todo el documento) | 1-5 |
| A | BALDI A. et al. Identification of nonvolatile components in lemon peel by high-performance liquid chromatography with confirmation by mass spectrometry and diode-array detection. Journal of Chromatography A. 1995, Vol. 718, páginas 89-97 (todo el documento) | 1-5 |

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

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

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

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

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

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
23.02.2016

Examinador
M. Cumbreño Galindo

Página
1/4

CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD

C11B9/00 (2006.01)

C07D311/32 (2006.01)

C07D493/12 (2006.01)

A23L2/06 (2006.01)

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C11B, C07D, A23L

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, MEDLINE, NPL, EMBASE, BIOSIS, XPESP, XPOAC

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 23.02.2016

Declaración

| | | |
|---|----------------------|-----------|
| Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986) | Reivindicaciones 1-5 | SI |
| | Reivindicaciones | NO |
| Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986) | Reivindicaciones | SI |
| | Reivindicaciones 1-5 | NO |

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

| Documento | Número Publicación o Identificación | Fecha Publicación |
|-----------|---|-------------------|
| D01 | US 2010196549 A1 | 05.08.2010 |
| D02 | US 2010196543 A1 | 05.08.2010 |
| D03 | SIDANA J. et al. Int. J. Pharm. Sci. Rev. Res. Vol. 18(2), nº 04, páginas 20-27 | 01.02.2013 |
| D04 | BALDI A. et al. Journal of Chromatography A. Vol. 718, páginas 89-97 | 1995 |

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

La presente invención tiene por objeto una composición líquida que comprende un aceite esencial de la cáscara de frutas cítricas, limonina y rutina, en la que el contenido del aceite esencial de la cáscara está en un intervalo del 0,2-3,5 % en volumen de la cantidad total de la composición; la concentración de limonina con respecto a la acidez está en el intervalo de 10-300 mg/kg/ácido; en la que la concentración de rutina con respecto a la acidez está en el intervalo de 10-50 mg/kg/ácido; la relación de peso de rutina con respecto a limonina (rutina/limonina) es 1 o menos y en la que la acidez es 2,0 % o menos, y tiene también por objeto una bebida que comprende dicha composición (reivindicaciones 1 a 5).

D01 divulga una bebida deportiva que contiene agua, una sustancia que mejora la hidratación y una composición de fitoquímicos cítricos microencapsulados. Dichos fitoquímicos comprenden, al menos, un limonoide como limonina y un flavonoide como rutina o hesperidina. También incluye saborizantes como pueden ser aceites esenciales o concentrados de zumos obtenidos de cítricos.

D02 anticipa una bebida que comprende zumo de cítricos y una composición de fitoquímicos microencapsulados de cítricos, así como hesperidina, naringina y limonina no encapsuladas. Los fitoquímicos cítricos microencapsulados comprenden un flavonoide como hesperidina o rutina y un limonoide como limonina. También puede contener saborizantes como, por ejemplo, aceite esencial obtenido de cítricos.

D03 expone los beneficios para la salud del género *Citrus* y los compuestos que producen dichos beneficios y su mecanismo de acción. Entre los compuestos mencionados aparecen los que son objeto de la presente invención.

D04 identifica compuestos no volátiles en un extracto de cáscara de limón.

NOVEDAD Y ACTIVIDAD INVENTIVA

En la documentación y bases de datos que han sido consultadas no se ha encontrado ninguna composición líquida que comprenda todos los compuestos y en las mismas concentraciones que la que es objeto de la presente invención. Por tanto, las reivindicaciones 1 a 5 son nuevas.

Sin embargo, los documentos D01 y D02 citados divulgan composiciones que comprenden limonina, rutina y aceite esencial de frutas cítricas, así como bebidas que comprenden tales composiciones y, por tanto, las reivindicaciones 1 a 5 carecen de actividad inventiva.