

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 663 653**

51 Int. Cl.:

**C11B 9/02** (2006.01)

**C12G 3/06** (2006.01)

**A23L 19/00** (2006.01)

**A23L 2/02** (2006.01)

**A23L 2/39** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.01.2007 PCT/JP2007/050995**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.07.2007 WO07083812**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.01.2007 E 07713687 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.03.2018 EP 1987725**

54 Título: **Método de extracción de materias primas de frutos cítricos y método para preparar un alimento o bebida**

30 Prioridad:

**23.01.2006 JP 2006014404**

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

**16.04.2018**

73 Titular/es:

**SUNTORY HOLDINGS LIMITED (100.0%)  
1-40, DOJIMAHAMA 2-CHOME, KITA-KU  
OSAKA-SHI, OSAKA 530-8203, JP**

72 Inventor/es:

**WATANABE, TOKUTOMI;  
KAMOGAWA, SHUN y  
HIDAKA, KOICHIRO**

74 Agente/Representante:

**UNGRÍA LÓPEZ, Javier**

ES 2 663 653 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Método de extracción de materias primas de frutos cítricos y método para preparar un alimento o bebida

**5 Campo técnico**

La presente invención se refiere a un método para producir un alimento o bebida utilizando como materia prima frutos cítricos y que comprende la etapa de triturar la materia prima en un estado congelado.

**10 Técnica anterior**

En la preparación y manipulación de frutas y similares utilizadas como materias primas para producir alimentos o bebidas, se han fabricado diversos dispositivos para utilizar las características de las materias primas en los productos finales. Para producir un licor destilado o una bebida alcohólica que contenga una fruta sumergida en alcohol que mantiene el aroma fresco de la fruta cruda, está libre de la generación de un olor secundario por calentamiento y, por lo tanto, tiene un sabor natural, por ejemplo, se han realizado estudios según un método que comprende sumergir una fruta fresca en una solución acuosa alcohólica que tiene una concentración apropiada, destilar al vacío el extracto de alcohol obtenido de esta manera a presión adecuadamente reducida y recoger el destilado (documento de patente 1). Asimismo, se ha propuesto un producto que se prepara congelando un zumo de fruta como tal sin concentración al vacío (calentamiento) para evitar así daños a la frescura de la fruta cruda.

Para un suministro estable de un material que mantenga el sabor y el color del caqui japonés en todo momento del año, por otra parte, también se han realizado estudios sobre una técnica mediante la cual los caquis japoneses se congelan utilizando nitrógeno líquido, se muelen con un molinillo de baja temperatura y después se liofilizan al vacío para dar un polvo, aunque en este caso no se pretende usar caqui japonés como materia prima para producir bebidas con bajo contenido de alcohol (documento de patente 2). La preparación de un alimento o bebida que incluye congelación y microtrituración de frutos cítricos seguido de extracción con alcohol se desvela en el documento de patente 3, donde el material de fruto cítrico se congela, preferentemente, en una etapa con nitrógeno líquido a -196 °C.

El documento de patente 4 describe la preparación de extractos líquidos de diferentes materiales vegetales mediante la aplicación de congelación criogénica y trituración a una temperatura definida generalmente como inferior a -50 °C antes de la etapa de extracción.

Documento de patente 1: publicación de patente japonesa abierta a consulta por el público N.º 2002-125653  
Documento de patente 2: publicación de patente japonesa abierta a consulta por el público SHO-61-166353  
Documento de patente 3: Documento EP 1 792 974 (tras la publicación el 06/06/2007)  
Documento de patente 4: Documento FR 2 608 923.

**40 Descripción de la invención****Problemas a resolver por la invención**

De acuerdo con los estudios de los presentes inventores, sin embargo, se ha aclarado que estas técnicas difícilmente pueden crear sabores deseables en alimentos o bebidas diana. Por lo tanto, la presente invención tiene como objetivo proporcionar un alimento o bebida que tenga un sabor deseable. Como resultado de estudios exhaustivos, los presentes inventores han descubierto que, en el caso de la pulverización de frutas, etc. mediante liofilización y extracción de un componente requerido, es importante controlar la temperatura durante la trituración, así como seleccionar de forma apropiada otros factores, tales como la parte de las frutas, etc. (por ejemplo, usando toda la fruta o no), el pretratamiento, la temperatura de congelación, el tamaño de grano de la materia prima y las condiciones de extracción. Es decir, los presentes inventores han descubierto que los componentes extraídos de la materia triturada se pueden ajustar controlando la temperatura durante la trituración ya que la fuerza requerida en la trituración de frutas congeladas, etc. varía dependiendo de la temperatura de trituración y, además, de cada una de las frutas, etc. per se y de los componentes, aceite esencial, etc. que originan las frutas, etc. tiene su temperatura de fragilidad inherente. De este modo se ha completado la presente invención.

**MEDIOS PARA SOLUCIONAR LOS PROBLEMAS**

Por consiguiente, la presente invención proporciona:

(1) un método para producir un alimento o bebida que contiene uno o más componentes extraídos de una materia prima mediante el uso de frutas cítricas como materia prima que comprende las siguientes etapas:

congelar la materia prima;  
triturar la materia congelada a una temperatura controlada; y  
sumergir la materia prima en un disolvente y extraer así uno o más componentes de la materia prima y tal

como se define con más detalle en la reivindicación 6;

(2) un método de extracción de un componente de una materia prima mediante el uso de frutas cítricas como materia prima que comprende las siguientes etapas:

5 congelar la materia prima;  
triturar la materia congelada a una temperatura controlada; y  
sumergir la materia prima en un disolvente y así extraer uno o más componentes de la materia prima y como se define con más detalle en la reivindicación 1.

### 10 Ventaja de la invención

Controlando la temperatura de trituración de una materia prima y realizando de este modo la extracción mientras se seleccionan las propiedades de la materia prima según la presente invención, se puede controlar el componente y la composición del sabor y de este modo se pueden proporcionar alimentos o bebidas con diversos sabores.

### Breve descripción de los dibujos

[Fig. 1A] La Figura 1A muestra el gráfico de la HPLC de un producto comercializado *chuhai A*.

[Fig. 1B] La Figura 1B muestra el gráfico de HPLC de un producto comercializado Chuhai B donde la flecha indica el pico asignable a eriocitrina (lo mismo se aplica a las siguientes figuras).

[Fig. 1C] La Figura 1C muestra el gráfico de HPLC de un producto comercializado *chuhai C*.

[Fig. 1D] La Figura 1D muestra el gráfico de HPLC del alcohol de partida del Ejemplo 1.

[Fig. 1E] La Figura 1E es el gráfico de HPLC de 100 ppm de eriocitrina.

[Fig. 2A] La Figura 2A es un gráfico que muestra la temperatura de fragilidad del limoneno.

[Fig. 2B] La figura 2B es un gráfico que muestra la temperatura de fragilidad del aceite esencial de limón.

[Fig. 2C] La figura 2C es un gráfico que muestra la temperatura de fragilidad del aceite esencial de lima.

[Fig. 2D] La Figura 2D es un gráfico que muestra la temperatura de fragilidad del aceite esencial de pomelo.

[Fig. 3A] La Figura 3A es el cromatograma de GC (la primera mitad) de la bebida alcohólica que usa la materia que se ha triturado a -160 °C en el Ejemplo 14.

[Fig. 3B] La Figura 3B es el cromatograma de GC (la segunda mitad) de la bebida alcohólica que usa la materia que se ha triturado a -160 °C en el Ejemplo 14.

[Fig. 3C] La Figura 3C es el cromatograma de GC (la primera mitad) de la bebida alcohólica que usa la materia que se ha triturado a -60 °C en el Ejemplo 14.

[Fig. 3D] La Figura 3D es el cromatograma de GC (la segunda mitad) de la bebida alcohólica que utiliza la materia que se ha triturado a -60 °C en el Ejemplo 14.

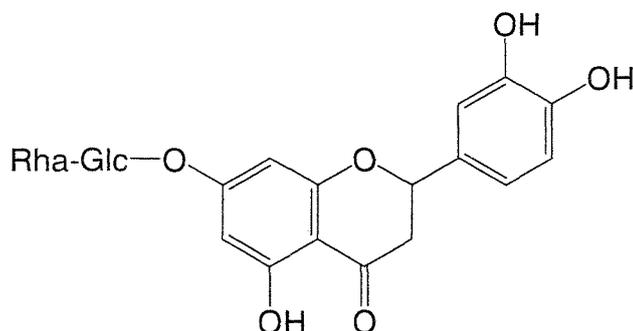
### Mejor modo de llevar a cabo la invención

40 En la presente invención, se usan frutas cítricas, tales como limón, pomelo (variedades blancas y rojo rubí), lima, naranjas (naranja navel, naranja de Valencia), naranja Satsuma (*Citrus unshiu*), tangor, cidro chino (*Citrus natsudaikai Hayata*), *Citrus hassaku*, *Citrus tamurana hort. ex T. Tanaka*, *Citrus depressa*, *Citrus sudachi*, *Citrus junos*, *Citrus sphaerocarpa*, *Citrus aurantium*, *Citrus iyo*, *Citrus reticulata*, Marumi Kumquat (*Fortunella japonica*), *Citrus sulcata*, Oroblanco y *Citrus grandis*.

45 De acuerdo con el procedimiento de la invención, el sabor natural de las materias primas puede utilizarse completamente en el alimento o bebida obtenida. En la presente invención, por lo tanto, puede utilizarse manera particularmente preferible de una fruta que tenga un aroma favorable y un sabor bien equilibrado (dulzor, acidez, amargor, etc.). Desde este punto de vista, es preferible en la invención usar una o más frutas cítricas aromáticas (en particular, limón, pomelo (variedades blancas y rojo rubí), lima, naranjas (naranja navel, naranja de Valencia), tangor, cidro chino (*Citrus natsudaikai Hayata*), *Citrus hassaku*, *Citrus tamurana hort. ex T. Tanaka*, *Citrus depressa*, *Citrus sudachi*, *Citrus junos*, *Citrus sphaerocarpa* and Oroblanco).

55 De acuerdo con el procedimiento de la invención, la bebida alcohólica obtenida puede contener un componente eficaz, tal como vitamina P contenida en la(s) fruta(s) y / o vegetal(es). Desde este punto de vista, es preferible en la invención usar una o más frutas ricas en vitamina P seleccionadas entre las frutas cítricas (en particular, limón, pomelo, naranja Satsuma y naranja), albaricoque, cereza, zarzamora, piña y papaya. La vitamina P es un nombre genérico que incluye compuestos flavonoides, por ejemplo, colorantes (flavonas) contenidos en las frutas cítricas, rutinas contenidas en el trigo sarraceno y así sucesivamente. La eriocitrina que tiene la siguiente estructura:

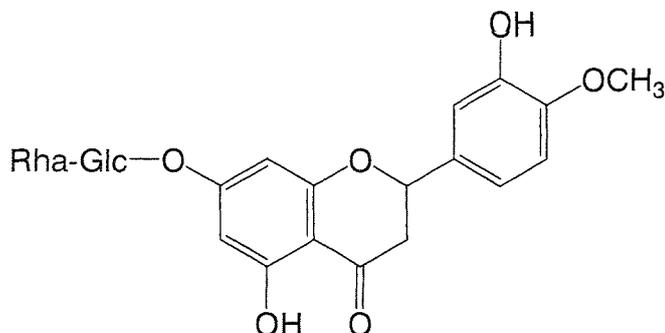
## [Fórmula química 1]



y la hesperidina que tiene la siguiente estructura:

5

## [Fórmula química 2]



10 entran dentro del alcance de la vitamina P. La vitamina P también se llama "flavonoide" o "polifenol de limón" en algunos casos.

15 Excepto en casos especiales, el término "fruta", como se usa en el presente documento con respecto a una materia prima, significa un material completo que implica zumos y materias sólidas. Excepto en casos especiales, por otra parte, el término "zumo de fruta" como se usa en el presente documento con respecto a una materia prima significa un líquido que se ha preparado preliminarmente, por ejemplo, mediante prensado. Concretamente, un líquido procedente de fruta que está contenido en el producto final o similar como resultado de usar una fruta entera como materia prima está excluido del alcance de la misma.

20 El término "alimento" tal como se usa en el presente documento incluye alimentos procesados, mientras que el término "bebida" tal como se usa en el presente documento incluye bebidas alcohólicas, bebidas refrescantes, zumos de frutas y bebidas con suplemento nutricional.

25 Excepto en casos especiales, la expresión "bebidas alcohólicas" tal como se usa en el presente documento significa bebidas que contienen alcohol o líquidos que contienen alcohol que se usa como material para producir una bebida (también denominado "alcohol de partida" en algunos casos).

30 Excepto en casos especiales, el término "alcohol" tal como se usa en el presente documento significa un alcohol bebible (etanol, alcohol etílico). Implica no solo alcohol puro sino también un líquido bebible que contiene alcohol y / o un líquido que se puede usar en la producción de un alimento que contiene alcohol. Excepto en casos especiales, la unidad "%" como se usa en el presente documento con respecto a la concentración de alcohol tiene el mismo significado que el grado de alcohol (°) e indica la cantidad de alcohol puro contenido por 100 ml de solución (volumen / volumen).

35 Excepto en casos especiales, la expresión "bebida baja en alcohol" como se usa en el presente documento significa una bebida alcohólica que contiene menos del 9 % de alcohol.

40 La materia prima que se va a usar en la presente invención se pretrata mediante pre congelación antes de la congelar y triturar. Se puede aplicar un pretratamiento adicional que incluya división, selección o eliminación de parte(s) y una combinación de los mismos. La materia prima no tiene un tamaño restringido, siempre que se pueda suministrar a un congelador y a un molino. Para minimizar el tiempo de congelación, en algunos casos es posible

cortarlo en pedazos pequeños. Para minimizar el daño y realizar la congelación al tiempo que se evita el contacto con el aire, por otra parte, es preferible, en algunos casos, evitar cortar la materia prima en trozos demasiado pequeños. Antes de dividir, se precongela para evitar fugas del zumo o componente(s). Como materia prima, es posible usar una fruta entera, incluyendo pericarpio y semillas. Como alternativa, es posible eliminar una parte no comestible, una parte que no contenga componente efectivo y / o una parte que contenga un componente indeseable, antes de su uso. Estas partes se pueden quitar ya sea antes de congelar o después de congelarla, y antes de la trituración. Es posible precongelar la fruta entera que tiene el pericarpio a de -4 °C a -80 °C y, a continuación, dividirla en de 2 a 16 porciones o cortarla en trozos (de aproximadamente 1 cm x aproximadamente 1 cm) antes de triturarla.

El tratamiento de congelación en la presente invención se lleva a cabo para solidificar la materia prima mediante congelación para evitar así que los componentes de la misma se desnaturalicen y posibiliten realizar la trituración de manera suficiente y fácil a baja temperatura. Siempre que se puedan lograr estos objetivos, esta etapa no se restringe ni en la máquina de congelación ni en el método de congelación. Es decir, se puede usar cualquier método seleccionado entre, por ejemplo, el método de congelación con aire, el método de congelación con ráfagas de aire, el método de congelación por contacto, el método de congelación en salmuera y el método de congelación en nitrógeno líquido. Desde el punto de vista de lograr una congelación rápida, es favorable un método de congelación que utilice nitrógeno líquido.

En el método según la presente invención, el material congelado se tritura a temperatura controlada. Esta temperatura está a un nivel tal que permite una trituración efectiva para obtener de este modo un componente o composición de componentes que participa, por ejemplo, en un sabor deseado de la materia prima, es decir, una temperatura que es efectiva en la trituración. La temperatura de trituración efectiva se determina dependiendo de la temperatura de fragilidad del componente o composición que se origina en la materia prima. La temperatura se controla para que no exceda una temperatura definida que no sea más alta que la temperatura de fragilidad.

La expresión "temperatura de fragilidad (también llamada" punto de fragilidad "en algunos casos)" como se usa en el presente documento significa la temperatura a la cual el objeto diana se vuelve rápidamente frágil (frágil y fácilmente rompible) a baja temperatura. La temperatura de fragilidad puede determinarse empleando un método que se realiza habitualmente en el campo de los polímeros, etc. Como se describirá en el Ejemplo 13 a continuación, por ejemplo, la temperatura del centro de la muestra se representa frente a la carga de rotura y la temperatura a la que se la carga de rotura muestra la disminución más notable se denomina temperatura de fragilidad.

En la presente invención, la temperatura de trituración eficaz se determina basándose en la temperatura de fragilidad del limoneno y / o la temperatura de fragilidad de un aceite esencial de frutas cítricas (por ejemplo, aceite esencial de limón, aceite esencial de lima o aceite esencial de pomelo). Por ejemplo, las temperaturas de fragilidad de limoneno, aceite esencial de limón, aceite esencial de lima y aceite esencial de pomelo son, respectivamente, -156 °C, -148 °C, -136 °C y -143 °C.

El tratamiento de trituración no está restringido ni en la máquina de trituración ni en el método de trituración. Sin embargo, dado que la trituración con frecuencia va acompañada de generación de calor, sin embargo, es preferible emplear una provista con una unidad de control de la temperatura para que la trituración pueda llevarse a cabo seguramente a la temperatura deseada (por ejemplo, una temperatura no superior a la temperatura de fragilidad de un componente diana o similar). Cuando se pretende realizar la trituración a una temperatura no superior a la temperatura de fragilidad de un componente, se puede seleccionar una unidad de control de temperatura apropiada siempre que la materia congelada pueda mantenerse a la temperatura o por debajo de la misma. Por ejemplo, se puede usar un medio de enfriamiento tal como nitrógeno líquido. En el caso del uso de nitrógeno líquido en el tratamiento de trituración, el nitrógeno líquido se puede usar generalmente solo en una pequeña cantidad en comparación con el caso donde la materia prima se congelará a -196 °C y después se tritura.

La extensión de la trituración no está particularmente restringida, siempre que la extracción se pueda realizar de manera suficiente y fácil a partir de entonces. La trituración se lleva a cabo hasta que se alcanza un tamaño promedio de grano de la materia congelada de 1 μm a 200 μm, y, más preferentemente, de 1 μm a 100 μm, cuando se mide mediante un método empleado habitualmente en la técnica. Considerando el hecho de que el tamaño celular de las frutas cítricas, como el limón, varía de 10 a 50 μm y el tamaño del saco de aceite en el epicarpio (flavedo) del mismo es de aproximadamente 250 μm (Osamu Ichikawa, *Shokuhin Soshikigaku*, Tokyo Koseikan, pág. 239), es preferible triturar la fruta hasta que el tamaño promedio de grano se reduzca a menos de 50 μm, por ejemplo 40 μm o 30 μm para utilizar de manera suficiente los componentes intracelulares de un aceite esencial, etc. La materia triturada puede ser una materia microtriturada. Excepto en casos especiales, el tamaño promedio de grano de la materia prima obtenida por el tratamiento de trituración como se describe en el presente documento significa el tamaño mediano (el tamaño de grano correspondiente al 50 % en una curva de distribución de análisis de tamiz, también llamado "tamaño medio" o "tamaño de grano del 50 %").

La materia congelada y triturada así obtenida se somete a una etapa de extracción. La materia congelada y triturada así obtenida se somete a una etapa de extracción como tal. Como alternativa, puede descongelarse para dar una pasta que luego se extrae.

En la extracción de la materia congelada y triturada, se emplea un alcohol que tiene una concentración de alcohol de 30 % a 60 % para que el componente hidrosoluble objetivo y / o un componente soluble en grasa pueda extraerse de forma suficiente y / o equilibrada mientras se tiene en cuenta el sabor, la estabilidad, la manipulación microbiana etc. Alterando la concentración de alcohol, se puede variar el tipo o contenido de un sabor o componente eficaz. Más específicamente, a concentración de alcohol puede controlarse a 40 % o más desde el punto de vista de crear suficiente sabor. Desde el punto de vista de evitar un sabor indeseable (por ejemplo, amargor) y un olor ofensivo (por ejemplo, olor a humedad), el contenido de alcohol se regula al 60 % o menos, preferentemente al 50 % o menos. Además, desde el punto de vista de poner énfasis en la transparencia, es posible seleccionar una concentración de alcohol tal que proporcione una turbidez de aproximadamente 120 Helm o menos. Para una fruta cítrica tipificada por el limón, la concentración de alcohol puede controlarse, por ejemplo, produciendo un producto equilibrado de 30 % a 50 % y todavía preferentemente de 40 %.

El alcohol que se utilizará en la extracción puede ser alcohol crudo o bebidas alcohólicas. El método de producción del mismo no está particularmente restringido. Concretamente, se puede usar una bebida alcohólica elaborada, una bebida alcohólica destilada o un licor. El material de partida de la misma tampoco está específicamente restringido. Como el alcohol que se utilizará en la inmersión y la extracción, el uso puede hacerse de un solo alcohol o una combinación de múltiples alcoholes.

Como el alcohol que se utilizará en la extracción, se puede usar apropiadamente un alcohol crudo, una bebida alcohólica destilada o un licor. Como la bebida alcohólica destilada, es preferible usar *shochu*, que puede producirse a partir de cualquier materia prima seleccionada entre arroz, batata, cebada, maíz, trigo sarraceno, azúcar moreno, melazas, dátil, alcohol destilado en bruto, etc., y que puede ser *shochu korui* (destilado de manera múltiple) u *otsurui* (destilado de forma individual), vodka o licor. Asimismo, también se puede usar whisky, brandy, ginebra, ron, tequila, etc.

La relación de inmersión y el tiempo de extracción se pueden determinar de manera apropiada dependiendo del tipo de material, el tamaño de grano de la materia prima, el tipo y la cantidad del componente diana que se va a extraer, la eficiencia de extracción deseada, etc. Con respecto a la relación de inmersión, la materia congelada y triturada se usa generalmente en una cantidad de aproximadamente 1 g a aproximadamente 500 g, preferentemente de aproximadamente 5 g a aproximadamente 300 g y aún preferentemente de aproximadamente 10 g a aproximadamente 200 g, por 1 l del alcohol. El tiempo de extracción generalmente varía de aproximadamente medio día a varios meses. En el caso de una fruta cítrica, el tiempo de extracción es preferentemente de aproximadamente un día a aproximadamente 3 días, mientras que una fruta con hueso, tal como ume, puede extraerse durante varios meses.

Ajustando las condiciones (por ejemplo, el tiempo de extracción, el grado de alcohol, la cantidad de fruta, etc.), se puede controlar el sabor y los componentes del producto final. Por consiguiente, se hace posible mantener calidades estables del material sumergido en alcohol o de un alimento o bebida utilizando el mismo obtenido de este modo, incluso aunque la(s) fruta(s) cruda(s) varíen en calidad, etc.

Tras finalizar la etapa de extracción, el material sumergido en alcohol se obtiene directamente del lixiviado o después de eliminar las materias sólidas del mismo por filtración. Para la filtración, se puede usar un método empleado habitualmente en la técnica para el mismo propósito, por ejemplo, el método que usa tierra de diatomeas. El material sumergido en alcohol obtenido de esta manera puede someterse a un tratamiento adicional tal como destilación, en caso necesario.

De acuerdo con el método de la presente invención, se puede evitar en los componentes que se originan en la materia prima pueden evitarse la pérdida, la desnaturalización causada por oxidación, etc. Dado que el alimento o bebida obtenido por el método de producción de acuerdo con la invención puede contener suficiente y / o equilibradamente el componente deseado, tiene un sabor satisfactorio sin adición adicional de ningún perfume, zumo de frutas, etc. Además, sorprendentemente se encuentra que, triturando la materia congelada a la temperatura de trituración efectiva que se ha determinado en base a la temperatura de fragilidad, la trituración se puede realizar fácilmente y, por otra parte, se puede controlar la concentración y la proporción del componente diana. El alimento o bebida obtenida por el método de producción de acuerdo con la presente invención adolece de poca desnaturalización en los componentes, tal como un componente de sabor y tiene excelentes cualidades de conservación. Tal comida o bebida es novedosa y no se puede obtener con las técnicas existentes. Por consiguiente, la presente invención proporciona un alimento o bebida obtenida por el método de producción de la invención.

Dado que el alimento o bebida obtenido por el método de producción de acuerdo con la invención puede contener suficiente y / o equilibradamente el componente deseado, tiene un sabor satisfactoriamente excelente sin adición adicional de ningún aditivo alimentario, tal como un zumo de fruta, un zumo de vegetales, un perfume, un agente acidificante, un colorante, etc. o agregando solo una pequeña cantidad de los mismos. Dado que el alimento o bebida según la presente invención se obtiene congelando y microtriturando la materia prima a una temperatura determinada en base a la temperatura de fragilidad, contiene una cantidad suficiente del componente deseado mientras que el contenido de componentes no deseados puede reducirse en la misma.

Como una realización preferible de la presente invención, se proporciona una bebida baja en alcohol que está libre de perfume. Como otra realización preferible de la invención, se proporciona una bebida baja en alcohol que está libre de perfume, contiene solo 5 % (volumen / volumen) o menos, preferentemente 3 % o menos y todavía preferentemente 1,5 % o menos de un zumo de frutas y todavía tiene un sabor suficientemente bueno. Mediante la adición de un perfume, se puede producir una bebida baja en alcohol que tenga un aroma enriquecido.

Además de los licores, los ejemplos del alimento o bebida según la presente invención incluyen un zumo de fruta / vegetales, una bebida carbonatada, una bebida con suplemento nutricional, una mermelada, una pasta, una gelatina, un helado, un yogurt, un pastel y una ensalada.

El alimento y bebida de la invención pueden contener un sacárido y un agente acidificante. Como sacárido, se puede usar, por ejemplo, sacarosa, fructosa, glucosa, jarabe de maíz con alto contenido de fructosa, etc. Como agente acidificante, se puede usar, por ejemplo, ácido cítrico, ácido málico, ácido fosfórico etc.

**Ejemplo 1**

<Producción de bebida alcohólica con limón congelado y triturado sumergido en alcohol>

Las frutas frescas de limón se dividieron en 4 porciones para que pudieran ser suministradas a un triturador en congelación, como se describirá más adelante, y luego se congelaron usando nitrógeno líquido a -196 °C. A continuación, la materia congelada se suministró en un triturador en congelación (molino Linrex; fabricado por HOSOKAWA MICRON CO.) y se trituró en estado congelado para dar una materia congelada y triturada en forma de un polvo blanco y suelto que tiene un tamaño de grano de aproximadamente 30 µm. El tamaño de grano se determinó diluyendo aproximadamente 20 veces la materia congelada y triturada con agua y midiendo la distribución del tamaño de grano con un analizador del tamaño de partículas por difracción láser (SALD-3100; fabricado por SHIMADZU CO.). A continuación, la materia congelada y triturada se sumergió en un alcohol crudo al 40 % durante 2 días (100 g / l). La solución de inmersión obtenida se filtró a través de tierra de diatomeas para eliminar de este modo las materias sólidas. Por lo tanto, se obtuvo una bebida alcohólica (contenido de alcohol: 40 %) con limón congelado y triturado sumergido en alcohol.

**Ejemplo 2**

<Producción de bebida alcohólica con pomelo congelado y triturado sumergido en alcohol>

Los pomelos frescos se dividieron en 8 porciones para que pudieran ser suministrados a un triturador en congelación y luego se congelaron usando nitrógeno líquido a -196 °C. A continuación, la materia congelada se suministró a un triturador en congelación (véase el ejemplo 1) y se trituró en estado congelado para dar una materia congelada y triturada en forma de un polvo blanco y suelto que tiene un tamaño de grano de aproximadamente 50 µm. El tamaño de grano se determinó por el mismo método que en el Ejemplo 1. La materia congelada y triturada se sumergió en un alcohol crudo al 40 % durante 2 días (100 g / l). La solución de inmersión obtenida se filtró a través de tierra de diatomeas para eliminar de este modo las materias sólidas. Por lo tanto, se obtuvo una bebida alcohólica (contenido de alcohol: 40 %) con pomelo congelado y triturado sumergido en alcohol.

**Ejemplo 3**

<Producción de bebida con bajo contenido de alcohol>

Utilizando las bebidas alcohólicas que tienen frutas congeladas y trituradas sumergidas en alcohol obtenidas en los Ejemplos 1 y 2 como material de partida, se produjeron RTD de las siguientes composiciones.

[Tabla 1]

Tabla 1: Composición					
			RTD de limón	RTD de pomelo	Observaciones
Bebida	alcohólica	de	25 ml		alcohol al 40 %
partida (Ej.1)					
Bebida	alcohólica	de		25 ml	alcohol al 40 %
partida (Ex.2)					
	Alcohol crudo		8,7 ml	8,7 ml	alcohol al 95%
	Sacárido		9,8 g	9,8 g	
	Agente acidificante		0,8 g	0,8 g	
	Agua carbónica		aprox 210 ml	aprox 210 ml	
<b>Total</b>			<b>250 ml</b>	<b>250 MI</b>	

Las RTD que usan respectivamente las bebidas alcohólicas de partida de los Ejemplos 1 y 2 tenían cada uno un sabor fresco y suave que difiere de los productos *chuhai* existentes que usan limón o pomelo.

#### Ejemplo 4

5 <Comparación en componentes con productos existentes>

10 La bebida alcohólica de partida del ejemplo 1, un *chuhai* A comercializado (contenido de zumo de limón: 3 %, contenido de alcohol: 7 %), un *chuhai* B comercializado (contenido de zumo de limón: 10%, contenido de alcohol: 7 %) y un *chuhai* C comercializado (contenido de zumo de limón: 5%, contenido de alcohol: 7 %) se analizaron mediante HPLC.

#### Pretratamiento:

15 La bebida alcohólica de partida del Ejemplo 1 se filtró como tal a través de un filtro de 0,45 µm y se empleó el sobrenadante obtenido. Se tomaron muestras de una porción de 10 ml de cada uno de los *chuhais* comercializados, se concentraron 10 veces en un evaporador y se filtraron a través de un filtro de 0,45 µm antes de su uso.

#### Condiciones de análisis HPLC:

20 Columna: Develosil C30-UG-5 (4,6 d.i. x 150 mm)  
 Elución: de 0 a 100 % de CH<sub>3</sub>CN, 0,05 % de TFA/30 min  
 Detección: UV 280 nm  
 Caudal: 1 ml/min  
 25 Inyección de muestra: 10 µl

30 Los resultados se muestran en la Fig. 1 y en la siguiente Tabla. La RTD de la presente invención que usa la bebida alcohólica de partida del ejemplo 1 contenía una gran cantidad de polifenol de limón. Además, contenía una cantidad menor de contaminantes que el *chuhai* B comercializado que contiene una cantidad relativamente grande del zumo de fruta.

[Tabla 2]

	RTD de la invención*	<i>Chuhai</i> A	<i>Chuhai</i> B	<i>Chuhai</i> C
Hesperidina	4	0	2	0
Eriocitrina	10	0	10	2
Observaciones	Fruta: 1 %	Zumo: 3 % Perfume:+	Zumo: 10 % Perfume:-	Zumo: 5% Perfume:+

\*: Que contiene 10 % (v / v) de la bebida alcohólica de partida del ejemplo 1.

35

#### Ejemplo 5

<Comparación de los métodos de producción 1>

40 Se compararon la RTD que usa la bebida alcohólica de partida del ejemplo 1, una RTD que usa un alcohol de partida producido mediante trituración con un mezclador sin congelación y trituración y el *Chuhai* B comercializado (véase el Ejemplo 4).

#### Producción de RTD:

45 Las mismas frutas de limón que se usaron en el Ejemplo 1 no se congelaron, sino que se trituraron como tales usando un mezclador para uso doméstico. La materia triturada se sumergió en un alcohol crudo al 40 % durante 2 días y se filtró para dar así una bebida alcohólica inicial. Utilizando la bebida alcohólica de partida obtenida en el Ejemplo 1 y el alcohol de partida obtenido en la presente invención (Ejemplo Comparativo 1), respectivamente, se  
 50 produjeron RTD de las composiciones como se muestra en la siguiente Tabla.

[Tabla 3]

Tabla 3: Composición

	RTD congelada-triturada	RTD mezclada-triturada	Observaciones
Bebida alcohólica de partida (Ej.1)	25 ml		alcohol al 40 %
Bebida alcohólica de partida (Ej. C. 2)		25 ml	alcohol al 40 %
Alcohol crudo	8,7 ml	8,7 ml	alcohol al 95%
Sacárido	9,8 g	9,8 g	
Agente acidificante	0,8 g	0,8 g	
Agua carbónica	aprox 210 ml	aprox 210 ml	
<b>Total</b>	<b>250 ml</b>	<b>250 ml</b>	

5 La RTD congelada-triturada fue superior en sabor fresco a la RTD de mezcla-triturada.

Prueba de desnaturalización acelerada forzada:

10 Cada RTD se sometió a una prueba de desnaturalización acelerada forzada a 50 °C. Después de completar la desnaturalización forzada, las RTD se evaluaron mediante una prueba sensorial.

15 La prueba sensorial se llevó a cabo en una puntuación de 0 a 5 (dando 5 puntos a cada control que tiene cualidades ideales y 0 puntos a una muestra que no tiene valor comercial) por 4 panelistas expertos. La siguiente tabla muestra los resultados.

[Tabla 4]

Tabla 4: Evaluación sensorial (promedio de 4 panelistas)

	RTD congelada-triturada		RTD mezclada-triturada	Chuhai B
Control	5		5	5
50 °C	3 días	3,4	2,8	2,5
50 °C	6 días	2,1	1,4	1,5
50 °C	12 días	0,9	0,2	0,0

20 La RTD congelada triturada sufrió menos desnaturalización de sabor que la RTD de mezcla-triturada y Chuhai B. Esto es aparentemente porque la congelación / trituración promovería la extracción de un componente capaz de prevenir la desnaturalización.

**Ejemplo 6**

25

<Comparación de los métodos de producción 2>

30 Mediante el uso de frutos de limón enteros, se compararon una RTD (RTD1), donde se utilizó una bebida alcohólica con materia congelada y triturada sumergida en alcohol, y otra RTD (RTD2), que se produjo mezclando la materia congelada y triturada como tal (es decir, sin inmersión) y filtrando.

Producción de RTD:

[Tabla 5]

35

Tabla 5: Composición

	RTD 1	RTD 2	Observaciones
Bebida alcohólica de partida (Ej.1)	4 ml	0,4 g	Materia triturada al 10 % p/v- alcohol al 40 %
Materia triturada			
Alcohol crudo	17,6 ml	19,3 ml	alcohol al 95%
Sacárido	5,0 g	5,0 g	
Agente acidificante	0,6 g	0,6 g	
Agua carbónica	aprox 210 ml	aprox 222 ml	

	RTD 1	RTD 2	Observaciones
Total	250 ml	250 ml	

Prueba de desnaturalización acelerada forzada:

5 Cada RTD se sometió a una prueba de desnaturalización acelerada forzada a 50 °C mediante el uso de un control que se había almacenado a 5 °C. Después de completar la desnaturalización forzada, las RTD se evaluaron mediante una prueba sensorial.

10 La prueba sensorial se llevó a cabo en una puntuación de 0 a 5 (dando 5 puntos a cada control que tiene cualidades ideales y 0 puntos a una muestra que no tiene valor comercial) por 4 panelistas expertos. La siguiente tabla muestra los resultados.

[Tabla 6]

Tabla 6: Evaluación sensorial (promedio de 4 panelistas)

	RTD1	RTD2
Control	5	5
50 °C	3 días 3,8	2,8
50 °C	6 días 2,8	1,9
50 °C	12 días 1,9	0,8

15 Comparada con RTD2 que tiene la materia congelada y triturada mezclada como tal, la RTD1 que usa la bebida alcohólica que tiene la materia congelada y triturada sumergida en alcohol sufrió de poca desnaturalización en el sabor. Esto es aparentemente porque la inmersión promovería la extracción de un componente capaz de prevenir la desnaturalización.

20 Cuando los controles se compararon en sabor entre sí, la RTD1 que usa la bebida alcohólica que tenía la materia congelada y triturada sumergida en alcohol mostró un sabor a limón fresco y pronunciado en comparación con RTD2 que tiene la materia congelada y triturada mezclada como tal.

25 **Ejemplo 7**

<Análisis del componente de aroma>

30 Una RTD que usa la bebida alcohólica de partida del Ejemplo 1 y otra RTD que contiene un zumo prensado a mano se analizaron mediante GC-MS.

Producción de RTD:

[Tabla 7]

35

Tabla 7: Composición

	RTD congelada-triturada	RTD prensada a mano	Observaciones
Bebida alcohólica de partida (Ej.1)	25 ml		alcohol al 40 %
Zumo (prensado a mano)		2,5 g	
Alcohol crudo	8,7 ml	19,2 ml	alcohol al 95%
Sacárido	9,8 g	9,8 g	
Agente acidificante	0,8 g	0,8 g	
Agua carbónica	aprox 210 ml	aprox 222 ml	
Total	250 ml	250 ml	

Pretratamiento:

40 Se recogió una porción de 20 ml de cada muestra y se adsorbió por Extrelut 20. A continuación, se extrajeron los componentes de aroma con 60 ml de diclorometano y se concentraron a 35 °C a presión reducida (450 mmHg) a 4 ml.

Condiciones de análisis GC-MS:

- Modelo: HP6890 (GC) y HP5973 (MS)
- Columna: HP-WAX (60 m x 0,32 mm x 0,5 µm)
- 5 Temperatura de la columna: 40 °C (5 min) en aumento a 10 °C/min-100 °C en aumento a 5 °C/min-230 °C (20 min)
- Temp. de entrada: 230 °C
- Cantidad de inyección: 1 µl
- Gas portador: He (2,7 ml/min: caudal constante)
- 10 Método de inyección: splitless (1 min)
- Alcance de barrido: de 35 a 450 m/z
- Temp. de la interfaz: 230 °C
- Temp. de la fuente de iones: 230 °C

- 15 La siguiente tabla muestra los resultados. La RTD congelada / triturada contenía los componentes de aroma en cantidades mayores que la RTD prensada a mano.

[Tabla 8]

20

Tabla 8: Resultados del análisis

Tiempo de almacenamiento a 50 °C (días)	RTD congelada / triturada					RTD prensada a mano				
	0	1	2	3	6	0	1	2	3	6
Citral	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
Limoneno	2737	1237	507	192	117	27	ND	ND	ND	ND
Acetato de geraniol	195	97	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
Linalool	74	130	64	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
Geraniol	30	46	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
p-Cymen	49	61	63	52	54	ND	ND	ND	ND	ND
p-Cymen-8-ol	13	112	166	167	219	ND	ND	ND	ND	ND

Medido de acuerdo con el método descrito en el Ejemplo 4. (ppm)

**Ejemplo 8**

- 25 <Estudio sobre el grado de alcohol de la solución de inmersión>

Procedimiento:

- 30 Al cambiar el grado de alcohol del alcohol bruto que se utilizará en la inmersión a 20, 30, 40, 50 y 60 %, se produjeron bebidas alcohólicas que tenían la materia congelada y triturada (limón) sumergida en alcohol. Se siguió el procedimiento de producción del Ejemplo 1, pero dividiendo los frutos de limón no en 4 porciones, sino en trozos más pequeños (de aproximadamente 1 cm x aproximadamente 1 cm) antes de suministrarlos al triturador congelado.
- 35 La materia congelada y triturada se sumergió como tal sin descongelar y luego se filtró a través de una gasa de 4 capas empleada como sustituto de la tierra de diatomeas.

Las bebidas alcohólicas que tienen la materia congelada y triturada (limón) sumergida en alcohol en los respectivos grados de alcohol se diluyeron 10 veces cada una y se sometieron a una evaluación sensorial y a una medición de la turbidez. Usando el alcohol crudo y el agua en la dilución, los contenidos finales de alcohol se ajustaron al 6 %.

- 40 La prueba sensorial se llevó a cabo en una base de puntuación de 0 a 5 por 9 expertos panelistas.

La turbidez de cada muestra se midió en el punto de ajuste del contenido de alcohol final al 6 %. Al medir la turbidez se usó un turbidímetro SIGRIST (Modelo KTL30-2M; fabricado por SIGRIST).

- 45 Resultados:

La siguiente tabla muestra los promedios de las puntuaciones de evaluación sensorial en 9 panelistas y turbideces. [Tabla 9]

50

Tabla 9: Evaluación sensorial (promedio de 9 panelistas)

	20%	30%	40%	50%	60%
Puntuación (puntuación perfecta:5)	2,1	2,8	3,9	3,7	3,3
Comentario libre	Olor jugoso pero algo verdoso. Sabor débil en total.	Sabor jugoso pero algo tenue.	Amargor y dulzor equilibrados. Sabor a limón natural y pronunciado.	Textura pronunciada de la piel pero amargor fuerte.	Sabroso y fuerte sabor a limón, pero un poco olor a humedad.

[Tabla 10]

5

Tabla 10: Turbidez

	20 %	30 %	40 %	50 %	60 %
Turbidez (Helm)	118	70	120	332	348

10

Se prefería un contenido de alcohol del 40 % o superior en la inmersión, ya que en tal caso se podía obtener un sabor de limón pronunciado. El amargor o el olor a humedad se hicieron evidentes con un contenido de alcohol del 50 % o superior, mientras que la turbidez se observó con un bajo contenido de alcohol. Por lo tanto, el contenido de alcohol óptimo fue del 40 %.

### Ejemplo 9

15

<Estudio sobre el tamaño de grano de la materia triturada>

#### Procedimiento:

20

Los limones y pomelos se congelaron y trituraron ajustando el tamaño de grano promedio a 40, 100 y 200  $\mu\text{m}$  mediante el control de las condiciones de congelación / trituración (tiempo, etc.), produciendo bebidas alcohólicas con las materias congeladas y trituradas sumergidas en alcohol.

25

Se siguieron los métodos de producción del Ejemplo 1 y 2, pero dividiendo los frutos de limón no en 4 porciones, sino en trozos más pequeños (de aproximadamente 1 cm x aproximadamente 1 cm) antes de suministrarlos al triturador congelado. La materia congelada y triturada se sumergió como tal sin descongelar y luego se filtró a través de una gasa de 4 capas empleada como sustituto de la tierra de diatomeas.

30

Las bebidas alcohólicas que tienen las materias congeladas y microtrituradas (limón, pomelo) en los tamaños de granos respectivos sumergidos en alcohol se diluyeron 4 veces con agua y luego se sometieron a una prueba sensorial que se llevó a cabo en una base de puntuación de 0 a 5 por 9 panelistas como en el Ejemplo 8.

#### Resultados:

La siguiente tabla muestra los promedios de las puntuaciones de evaluación sensorial por 9 panelistas.

35

[Tabla 11]

Tabla 11: Evaluación sensorial (promedio de 9 panelistas)

	Limón			Pomelo		
	40 $\mu\text{m}$	100 $\mu\text{m}$	200 $\mu\text{m}$	40 $\mu\text{m}$	100 $\mu\text{m}$	200 $\mu\text{m}$
Puntuación (puntuación perfecta:5)	4,1	3,5	2,4	4,1	3,9	3,1
Comentario libre	Sabor a limón fresco y pronunciado.	Sabor a limón fresco pero con un aroma algo amargo y amargo.	Algún aroma plano con un ligero sabor a limón y una mayor amargor.	Dulzor equilibrado, acidez y amargor. Gusto fresco a pomelo.	Fresco pero algo verdoso.	Algo de aroma tenue y fuerte amargor.

Desde el punto de vista del sabor, el tamaño de grano óptimo fue 40 µm.

El tamaño celular de las frutas cítricas como el limón varía de 10 a 50 µm y el tamaño del saco de aceite en el epicarpio (flavedo) del mismo es de aproximadamente 250 µm (Osamu Ichikawa, *Shokuhin Soshikigaku*, Tokyo Koseikan, pág. 239). Por lo tanto, se supone que triturando a un tamaño de grano de 40 µm, los componentes intracelulares que incluyen aceite esencial se extraen homogéneamente en el polvo.

**Ejemplo 10**

10 <Estudio sobre el efecto de la congelación / trituración>

Procedimiento:

15 Se produjo una bebida alcohólica que contenía la materia congelada y microtriturada (limón) sumergida en alcohol. Se siguió el método de producción del Ejemplo 1, pero dividiendo los frutos de limón no en 4 porciones, sino en trozos más pequeños (de aproximadamente 1 cm x aproximadamente 1 cm) y suministrándolos al triturador en congelación, que se denominó control ( con FC), se comparó con otra muestra producida simplemente dividiendo los frutos de limón no en 4 porciones, sino en trozos más pequeños (de aproximadamente 1 cm x aproximadamente 1 cm) y no suministrándolos al triturador en congelación sino congelándolos como tales (no FC). Tanto la muestra congelada / triturada como la no triturada se sumergieron como tales sin descongelar y luego se filtraron a través de una gasa de 4 capas empleada como sustituta de la tierra de diatomeas.

25 Los alcoholes que tienen las materias congeladas y trituradas (limón, pomelo) en los tamaños de grano respectivos sumergidos en alcohol se diluyeron 4 veces con agua y luego se sometieron a una prueba sensorial que se llevó a cabo en una base de puntuación de 0 a 5 por 9 expertos panelistas como en el Ejemplo 8.

Resultados:

30 La siguiente tabla muestra los promedios de las puntuaciones de evaluación sensorial por 9 panelistas. [Tabla 12]

Tabla 12: Evaluación sensorial (promedio de 9 panelistas)		
	Con FC	No FC
Puntuación (puntuación perfecta: 5)	4,2	2,8
Comentario libre	Sabor fresco y natural de fruta de limón entera. Acidez y amargor bien equilibrados en el limón.	Solo una pequeña cantidad de aroma total y menos sabor fresco. Acidez y amargor no equilibrados.

35 En comparación con la muestra producida simplemente dividiendo las frutas de limón en piezas (de aproximadamente 1 cm x aproximadamente 1 cm), la muestra producida triturando las frutas de limón para dar un tamaño de grano de 40 µm mostró un pronunciado sabor a limón. Por lo tanto, se prefiere desde el punto de vista del sabor llevar a cabo la congelación / microtrituración para obtener un tamaño de grano de 40 µm.

**Ejemplo 11**

40 <Producción de bebida alcohólica que tenga materia congelada y triturada (ume) sumergida en alcohol y bebida baja en alcohol>

45 Se produjo una bebida alcohólica que tenía una materia congelada y triturada (ume) sumergida en alcohol. Se siguió el método de producción del Ejemplo 1, pero se emplearon frutas de ume verdes y se suministraron al triturador en congelación enteras, es decir, con hueso. La materia congelada y triturada no se descongeló, sino que se sumergió en alcohol como tal.

Usando la bebida alcohólica con la materia congelada y microtriturada (ume) sumergida en alcohol como bebida alcohólica de partida, se produjo una RTD de la composición siguiente.

50 [Tabla 13]

Tabla 13: Composición

	RTD de ume	Observaciones
Bebida alcohólica de partida (Ej.1)	25 ml	alcohol
Alcohol crudo	8,7 ml	40 %
Sacárido	20 g	alcohol
Agente acidificante	1,0 g	95%
Agua carbónica	aprox 204 ml	
Total	250 ml	

5 Esta RTD tenía un nuevo sabor que tenía el pronunciado sabor a ume verde ume, difiriendo de los productos *chuhai* convencionales, *umeshu* diluido (licor de ume) o zumo de ume. El *umeshu* existente debe envejecer durante al menos 3 meses (generalmente de 6 meses a 1 año) antes de tomarlo. Por el contrario, la RTD obtenida por el método de producción de la presente invención podría dar un sabor pronunciado de ume verde después de sumergir durante solamente de 1 a 3 días.

### 10 Ejemplo 12

<Análisis de  $\alpha$ -tocoferol (vitamina E)>

15 Se produjeron bebidas alcohólicas que contenían materias congeladas y trituradas (limón, pomelo y ume) sumergidas en alcohol. En el caso del limón, se realizó la trituración de modo que el tamaño de grano se ajustó a 40, 100 y 200  $\mu\text{m}$  como en el Ejemplo 9. A continuación, se midió el contenido de  $\alpha$ -tocoferol (vitamina E) en cada bebida alcohólica mediante el siguiente método.

[Tabla 14]

Bebida alcohólica que tiene materia congelada / triturada sumergida en alcohol 1 ml	
↓	← 1 ml de pirogalol al 6 % / etanol
↓	← 1 ml de PMC (0,15 $\mu\text{g}$ )
Pre calentamiento 70 °C, 3 min	
↓	← 0,2 ml de KOH al 60 %
Calentamiento a 70 °C, 30 min	
↓	
Enfriamiento en hielo	Agua
↓	← 4,5 ml de NaCl al 1 % (3 ml de acetato de etilo al 10 % / hexano)
Extracción	
↓	
Centrifugación 3000 rpm, 5 min	
↓	
Colección de capa de n-hexano (2 ml)	
↓	
Evaporación (flujo de $\text{N}_2$ )	
↓	
Residuo	
Disuelto en 200 $\mu\text{l}$ de n-hexano	
↓	
HPLC inyección de 10 $\mu\text{l}$	

Nota) PMC: patrón interno (2,2,5,7,8-pentametil-6-cromanol)

### 20 Condiciones de análisis HPLC:

Columna de análisis: Nucleosil  $\text{NH}_2$  (250 mm x 4,6 mm d.i.)

Fase móvil: n-hexano/2-propanol (97:3 v/v)

25

Caudal: 1,2 ml/min

Detector: RF10Axl (detector fluorescente) (Ej. 297 mm, Em. 327 mm)

- 5 La siguiente tabla muestra las concentraciones de  $\alpha$ -tocoferol en las bebidas alcohólicas individuales y las concentraciones de  $\alpha$ -tocoferol en las bebidas alcohólicas producidas al cambiar el tamaño del grano de limón.

[Tabla 15]

10

Tabla 15: Concentración de  $\alpha$ -tocoferol

	Concentración
Limón	32,16 ppm
Pomelo	11,10 ppm
Ume	16,87 ppm
40 $\mu$ m	31,56 ppm
100 $\mu$ m	26,54 ppm
200 $\mu$ m	21,46 ppm

Por lo tanto, podría entenderse que todos los alcoholes producidos sumergiendo las materias congeladas y micro trituradas (limón, pomelo y ume) contenían vitamina E. También se descubrió que la eficiencia de extracción era elevada con una disminución en el tamaño del grano.

15

### Ejemplo 13

<Medición de las temperaturas de fragilidad de los componentes del aceite esencial que se originan en las frutas cítricas>

20

Se midieron las temperaturas de fragilidad de limoneno, aceite esencial de limón y aceite esencial de pomelo.

#### Procedimiento:

- 25 La medición se realizó utilizando una máquina de ensayo de tracción (TENSILON UTM-4-200 fabricada por Toyo Baldwin).

Alrededor de la unidad de medida de la máquina de prueba se proporcionó una caja de aislamiento térmico hecha de espuma de estirolo y se conectó a un tanque de nitrógeno líquido. La cantidad de nitrógeno líquido pulverizado se controló dependiendo de la extensión de la abertura de una válvula electromagnética conectada a un controlador de temperatura. De acuerdo con esta constitución, la temperatura interior de la caja de aislamiento térmico podría mantenerse a la temperatura establecida  $\pm 0,5$  °C.

30

Un dispositivo de compresión (diámetro del émbolo: 3,0 mm) de fabricación propia de los inventores se fijó a la unidad de medición de la máquina para realizar la prueba. A continuación, se midió la carga de rotura de cada aceite esencial de fruta cítrica congelada mediante el método de prueba de punción del émbolo.

35

Se colocó un recipiente de muestra hecho de aluminio cargado con una muestra en la etapa de la unidad de medida y se enfrió la caja de aislamiento térmico a la temperatura establecida. Después de confirmar que la temperatura del centro de la muestra había alcanzado la temperatura establecida, se llevó a cabo la punción del émbolo. El valor medido, que se obtuvo como la carga de rotura (expresada en kg), se convirtió a la unidad S1 correspondiente (expresada en N (Newton)) y luego se dividió por el área de la sección transversal del émbolo ( $7,07 \times 10^{-6}$  m<sup>2</sup>). Por lo tanto, el resultado de la medición se organizó como la tensión de rotura (expresada en Pa (Pascal)).

40

#### Resultados y discusión:

45

Los resultados se muestran en las siguientes tablas y las figuras 2A a 2D.

50

[Tabla 16]

Limóneno			Limón			Lima			Pomelo		
Temp. (°C)	Carga (kgf)	Tensión (Mpa)	Temp. (°C)	Carga (kgf)	Tensión (Mpa)	Temp. (°C)	Carga (kgf)	Tensión (Mpa)	Temp. (°C)	Carga (kgf)	Tensión (Mpa)
-135	1,8	2,5	-138	3,0	4,2	-118	1,0	1,4	-120	14,0	19,4
-138	3,2	4,4	-143	41,0	56,9	-120	0,8	1,1	-131	5,0	6,9
-142	1,2	1,7	-145	45,0	62,4	-123	1,3	1,8	-135	7,2	10,0
-142	18,0	25,0	-147	43,5	60,3	-128	34,5	47,9	-139	24,0	33,3
-143	8,0	11,1	-148	34,0	47,2	-129	31,0	43,0	-140	29,0	40,2
-145	37,0	51,3	-148	18,8	26,1	-130	65,3	90,6	-140	28,8	39,9
-145	35,0	48,5	-149	32,2	44,7	-131	62,0	86,0	-141	30,5	42,3
-145	30,0	41,6	-149	32,3	44,8	-134	12,0	16,6	-142	41,5	57,6
-145	35,0	48,5	-150	15,5	21,5	-135	20,0	27,7	-143	20,0	27,7
-145	34,0	47,2	-150	18,2	25,2	-137	24,5	34,0	-145	11,0	15,3
-146	13,0	18,0	-151	15,3	21,2	-138	35,0	48,5	-145	15,5	21,5
-147	14,5	20,1	-153	13,5	18,7	-139	36,0	49,9	-148	20,0	27,7
-148	16,0	22,2	-153	9,0	12,5	-140	14,2	19,7	-152	22,0	30,5
-149	16,5	22,9	-154	9,0	12,5	-144	14,5	20,1	-155	25,0	34,7
-150	20,5	28,4	-155	6,0	8,3	-146	15,0	20,8	-157	27,0	37,5
-150	17,5	24,3	-157	11,0	15,3	-148	7,8	10,8	-158	13,3	18,4
-153	38,0	52,7	-158	7,8	10,8	-149	14,5	20,1	-158	15,5	21,5
-154	21,0	29,1	-159	13,5	18,7	-153	14,8	20,5	-159	11,0	15,3
-155	33,0	45,8	-160	13,0	18,0	-155	11,5	16,0	-162	23,0	31,9
-156	8,0	11,1	-167	14,3	19,8	-156	11,8	16,4	-169	17,5	24,3
-157	5,5	7,6				-158	8,0	11,1			
-158	5,0	6,9									
-159	1,0	1,4									
-163	7,0	9,7									

En el limoneno (Fig. 2A), la tensión de rotura comenzó a aumentar a aproximadamente -140 °C y alcanzó un pico a aproximadamente -153 °C. Cuando se continuó el enfriamiento, la tensión de rotura mostró una disminución rápida. La temperatura de fragilidad era -156 °C. En el aceite esencial del limón (Fig. 2B), la tensión de rotura comenzó a aumentar a aproximadamente -140 °C y alcanzó un pico a aproximadamente -145 °C. Cuando se continuó el enfriamiento, la tensión de rotura mostró una disminución rápida. La temperatura de fragilidad era -148 °C. En el aceite esencial del lima (Fig. 2C), la tensión de rotura comenzó a aumentar a aproximadamente -125 °C y alcanzó un pico a aproximadamente -133 °C. Cuando se continuó el enfriamiento, la tensión de rotura mostró una disminución rápida. La temperatura de fragilidad era -136 °C. En el aceite esencial del pomelo (Fig. 2D), la tensión de rotura comenzó a aumentar a aproximadamente -135 °C y alcanzó un pico a aproximadamente -141 °C. Cuando se continuó el enfriamiento, la tensión de rotura mostró una disminución rápida. La temperatura de fragilidad era de -143 °C. Las temperaturas de fragilidad de los 4 tipos de componentes del aceite esencial de origen cítrico medidas en el presente documento variaron de -156 a -136 °C. En el caso de la pulverización de un componente de aceite esencial contenido en una fruta por el método de trituración por congelación, se puede llevar a cabo una microtrituración suficiente congelando el componente a su temperatura de fragilidad o inferior. Cuando el componente se extrae seleccionando las propiedades físicas de la materia prima mediante la determinación apropiada de la temperatura de congelación se puede controlar el componente y la composición del sabor, lo que permite obtener un alimento o bebida que tenga el sabor deseado.

#### Ejemplo 14

<Producción de bebida alcohólica con un pericarpio de limón congelado y triturado sumergido en alcohol>

El pericarpio fresco de limón que es rico en limoneno y aceite esencial de limón se dividió para que pudiera suministrarse a un triturador en congelación, como se describirá más adelante y después se congeló usando nitrógeno líquido a -80 °C. A continuación, la materia congelada se suministró en un triturador en congelación (Tabla-Tipo Modelo de molino de martillos a velocidad alta 1018; fabricado por YOSHIDA SEISAKUSHO K.K.) y se trituró en estado congelado alimentando con nitrógeno líquido a una cantidad controlada para ajustar la temperatura de trituración a -60 °C o a -160 °C. Por lo tanto, se obtuvo una materia congelada y triturada. A continuación, la materia congelada y triturada se sumergió en un alcohol crudo al 40 % durante 1 minuto (100 g / l). La solución de inmersión obtenida se filtró a través de un filtro de papel y un filtro de membrana de 0,45 µm para eliminar de ese modo las materias sólidas. Por lo tanto, se obtuvieron bebidas alcohólicas que tenían pericarpio de limón congelado y triturado a -60 °C o a -160° C y sumergidas en alcohol.

Cada bebida alcohólica que tenía la materia congelada y triturado sumergida en alcohol se diluyó 5 veces y se evaluó sensorialmente.

La prueba sensorial se llevó a cabo en una base de puntuación de 0 a 5 por 7 expertos panelistas.

#### Criterios de evaluación

- 5: Sabor a limón fresco y pronunciado.
- 3: Sabor a limón fresco.
- 1: Sabor a limón fresco pero tenue.

#### Resultados

La siguiente tabla muestra los resultados de la prueba sensorial expresados en el promedio de 7 panelistas expertos.

[Tabla 17]

Tabla 17: Evaluación sensorial (promedio de 7 panelistas)

	Triturado a -160 °C	Triturado a -60 °C
Puntuación (puntuación perfecta: 5)	3,8	3,3
Comentario libre	Gusto pronunciado de limón de medio a bajo con rico sabor a limón.	Gusto de limón acuoso fresco pero tenue.

La bebida alcohólica que utilizaba la materia congelada y triturada a -160 °C era superior en el sabor fresco y pronunciado a limón de la bebida alcohólica usando la materia congelada y triturada a -60 ° C.

#### Ejemplo 15

## &lt;Análisis del componente de aroma&gt;

Los componentes aromáticos de las bebidas alcohólicas del Ejemplo 14 se analizaron mediante GC y los contenidos de los componentes individuales se compararon en función de las áreas en los cromatogramas.

5

Pretratamiento:

Se recogió una porción de 3 ml de cada muestra y se adsorbió por Extrelut 3. A continuación, se extrajeron los componentes de aroma con 15 ml de diclorometano y se concentraron a 35 °C a presión reducida (450 mmHg) a 0,8 ml.

10

Condiciones de análisis de GC:

Modelo: HP6890 (GC)

Columna: HP-WAX (60 m x 0,32 mm x 0,25 µm)

Temperatura de la columna: 60°C (10 min) -en aumento a 3,50 °C/min-220 °C (30 min)

Temp. de entrada: 200°C

Cantidad de inyección: 1 µl

Gas portador: He (1 ml/min: caudal constante)

15

20

Método de inyección: splitless

Detección: FID

Las figuras 3A a 3D y la siguiente tabla muestran los resultados. La bebida alcohólica que utilizaba la materia congelada y triturada a -160 °C contenía de 6 a 20 % más de componentes aromáticos que la bebida alcohólica usando con la materia congelada y triturada a -60 °C. Seleccionando apropiadamente la temperatura de la trituración basada en las temperaturas de fragilidad de limoneno y aceite esencial de limón, se pueden obtener productos que contienen suficientemente los componentes aromáticos efectivos.

25

[Tabla 18]

30

Tabla 18: Comparación de componentes aromáticos en los cromatogramas de GC

TR (min.)	Componente	Área		Relación (A)/(B)
		Triturado a -160 °C (A)	Triturado a -60 °C (B)	
20,15	Limoneno	379	357	1,06
34,49	Linalool	14	12	1,17
39,28	Neral	42	35	1,20
39,8	a-Terpineol	32	28	1,14
40,89	Geranial	71	59	1,20
44,31	Geraniol	48	44	1,09

**Aplicabilidad industrial**

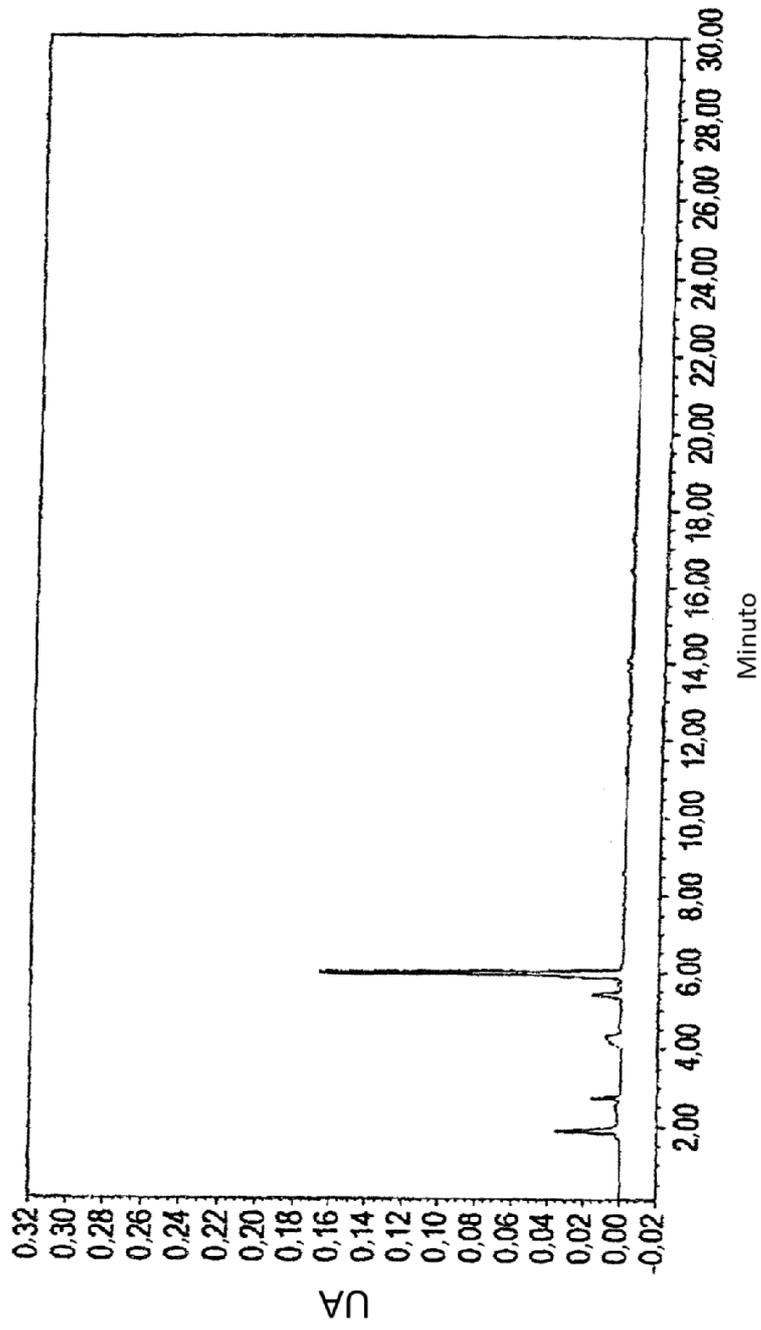
La presente invención se puede usar para producir un alimento o bebida. De acuerdo con el método de la presente invención, se puede proporcionar un alimento o bebida que contenga suficiente y / o equilibradamente los componentes deseados.

35

**REIVINDICACIONES**

1. Un método para extraer uno o más componentes de una materia prima mediante el uso de frutas cítricas como materia prima que comprende las siguientes etapas:
- 5            congelar preliminarmente la materia prima a una temperatura superior a la temperatura de congelación antes de la etapa de congelar la materia prima;  
               congelar la materia prima;  
               triturar la materia congelada a una temperatura controlada; y
- 10           sumergir la materia prima en un alcohol que tiene una concentración de alcohol del 30 % al 60 % para extraer uno o más componentes de la materia prima; y  
               donde la temperatura controlada no es más alta que la temperatura de fragilidad del limoneno y / o aceite esencial de frutas cítricas; y  
               el tamaño de grano promedio de la materia triturada es de 1  $\mu\text{m}$  a 200  $\mu\text{m}$ ;
- 15           donde el término "temperatura de fragilidad" significa la temperatura a la cual la materia congelada se vuelve frágil rápidamente, es decir, frágil y fácilmente rompible, a baja temperatura, y la temperatura de fragilidad se determina representando la temperatura central de la muestra frente a la carga de rotura y la temperatura a la cual la carga de rotura muestra la disminución más notable se conoce como la temperatura de fragilidad.
- 20           2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, donde el tamaño de grano promedio de la materia triturada es de 1  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$ .
3. El método de acuerdo con la reivindicación 1, donde el tamaño de grano promedio de la materia triturada es de 40  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$ .
- 25           4. El método de acuerdo con la reivindicación 1, donde el tamaño de grano promedio de la materia triturada es de 30  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$ .
5. El método de acuerdo con la reivindicación 1, donde la materia prima se congela preliminarmente a -80 °C a -4 °C.
- 30           6. Un método de producción de un alimento o bebida que contiene uno o más componentes extraídos de una materia prima mediante el uso de frutas cítricas como materia prima, donde el método comprende las etapas siguientes:
- 35           congelar preliminarmente la materia prima a una temperatura superior a la temperatura de congelación antes de la etapa de congelar la materia prima;  
               congelar la materia prima;  
               triturar la materia congelada a una temperatura controlada; y
- 40           sumergir la materia prima en un alcohol que tiene una concentración de alcohol del 30 % al 60 % para extraer uno o más componentes de la materia prima; y  
               donde la temperatura controlada no es más alta que la temperatura de fragilidad del limoneno y / o aceite esencial de frutas cítricas; y  
               el tamaño de grano promedio de la materia triturada es de 1  $\mu\text{m}$  a 200  $\mu\text{m}$ ;
- 45           donde el término "temperatura de fragilidad" significa la temperatura a la cual la materia congelada se vuelve frágil rápidamente, es decir, frágil y fácilmente rompible, a baja temperatura, y la temperatura de fragilidad se determina representando la temperatura central de la muestra frente a la carga de rotura y la temperatura a la cual la carga de rotura muestra la disminución más notable se conoce como la temperatura de fragilidad.
- 50           7. El método de acuerdo con la reivindicación 6, donde el tamaño de grano promedio de la materia triturada es de 1  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$ .
8. El método de acuerdo con la reivindicación 6, donde el tamaño de grano promedio de la materia triturada es de 40  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$ .
- 55           9. El método de acuerdo con la reivindicación 6, donde el tamaño de grano promedio de la materia triturada es de 30  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$ .
10. El método de acuerdo con la reivindicación 6, donde la materia prima se congela preliminarmente a -80 °C a -4 °C.
- 60

Fig. 1A



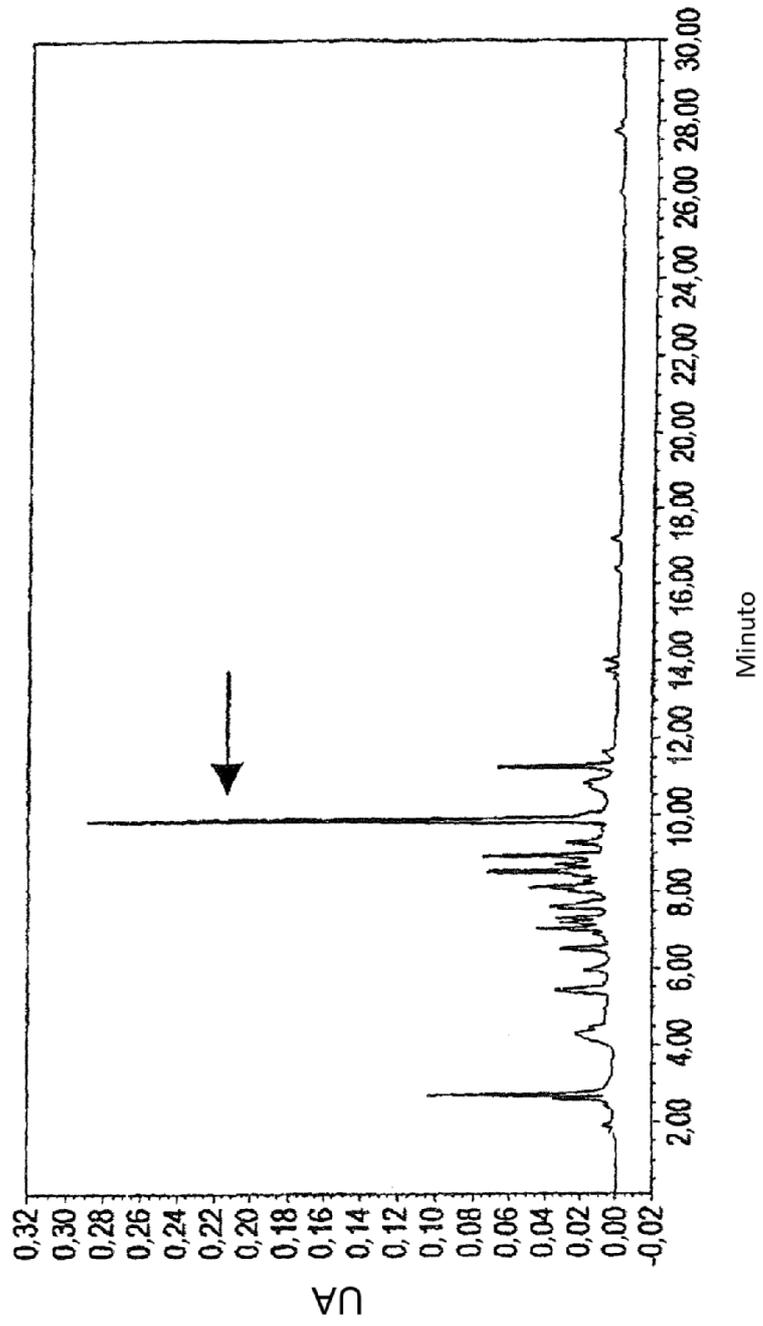


Fig. 1B

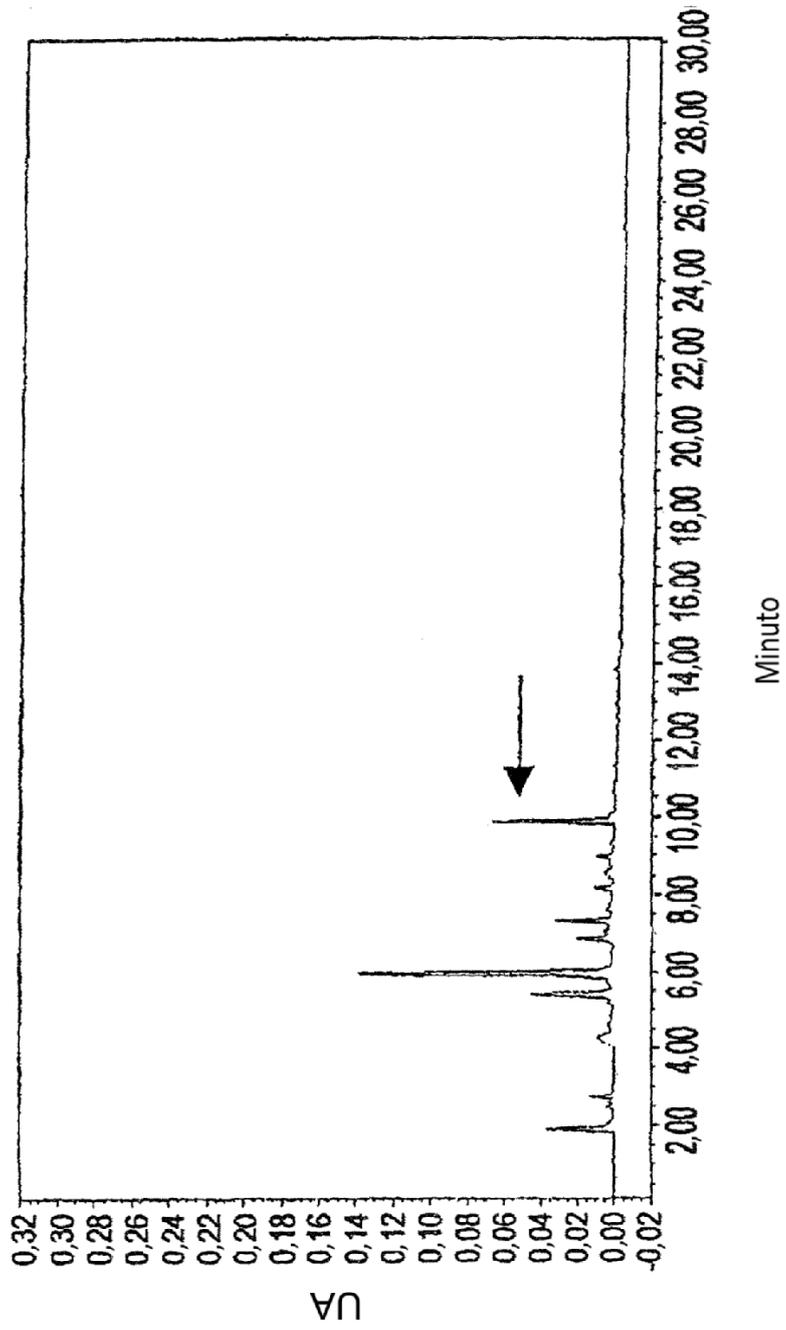


Fig. 1C

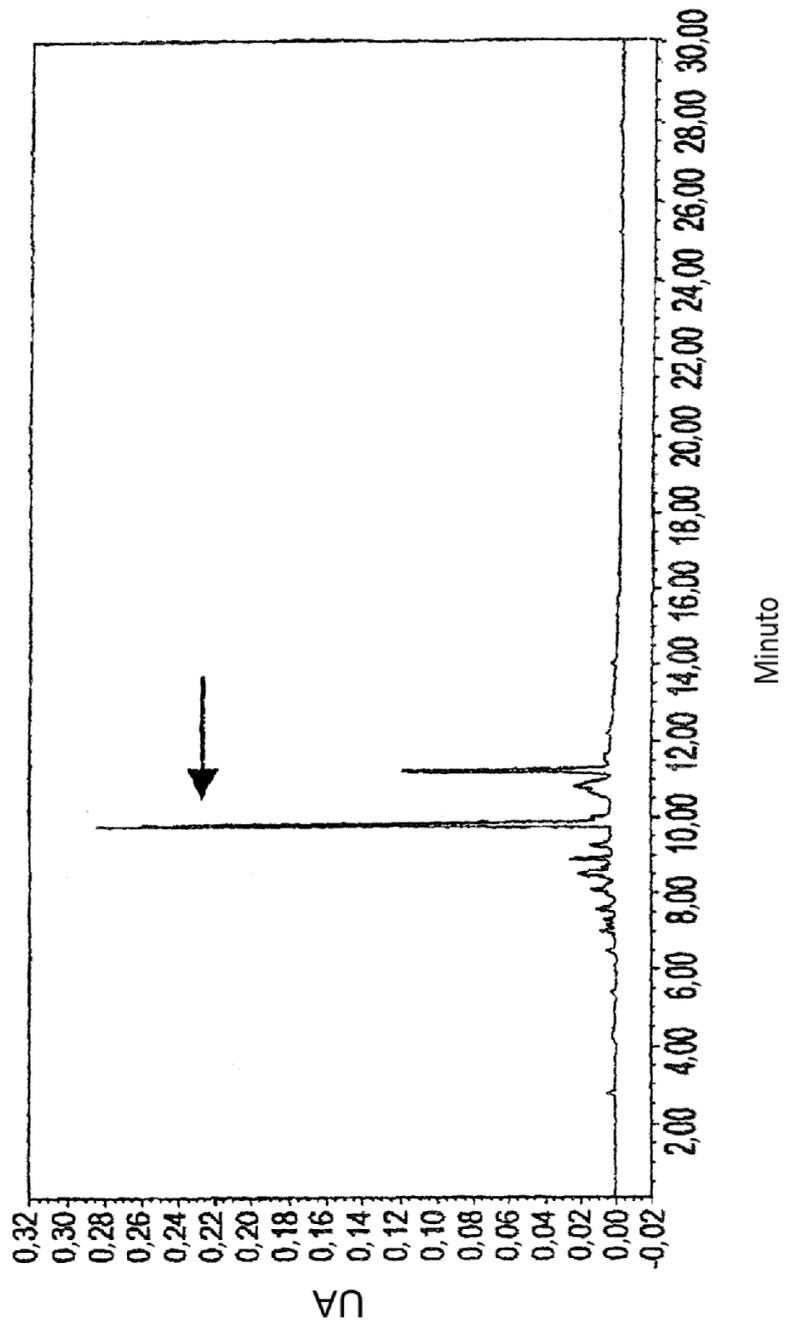


Fig. 1D

Fig. 1E

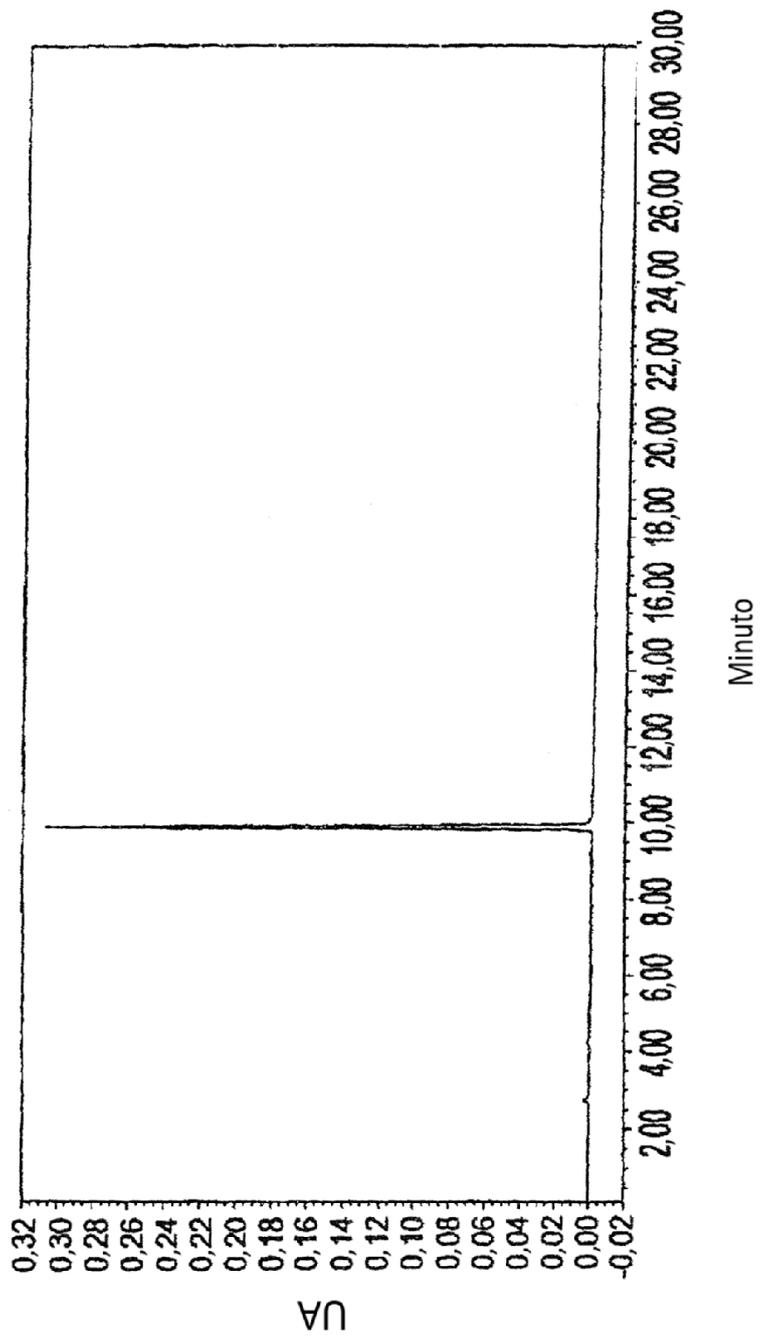


Fig. 2A

Temperatura de fragilidad del limoneno

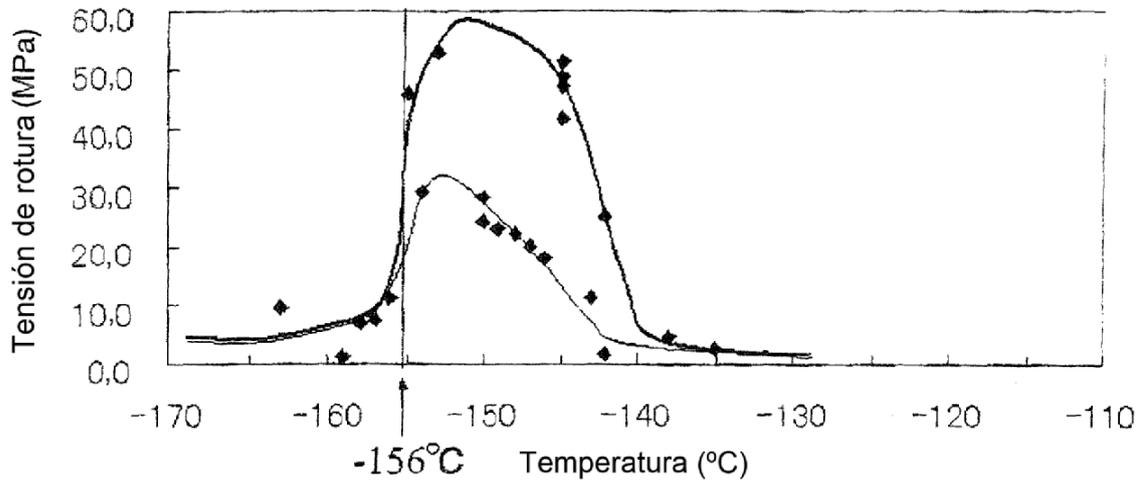


Fig. 2B

Temperatura de fragilidad del aceite esencial de limón

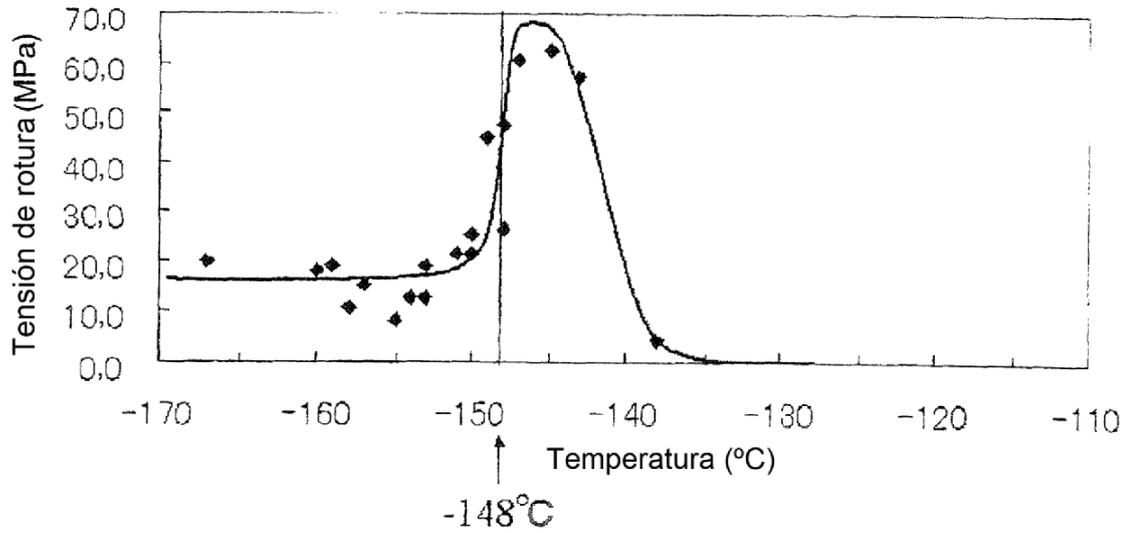


Fig. 2C

Temperatura de fragilidad del aceite esencial de lima

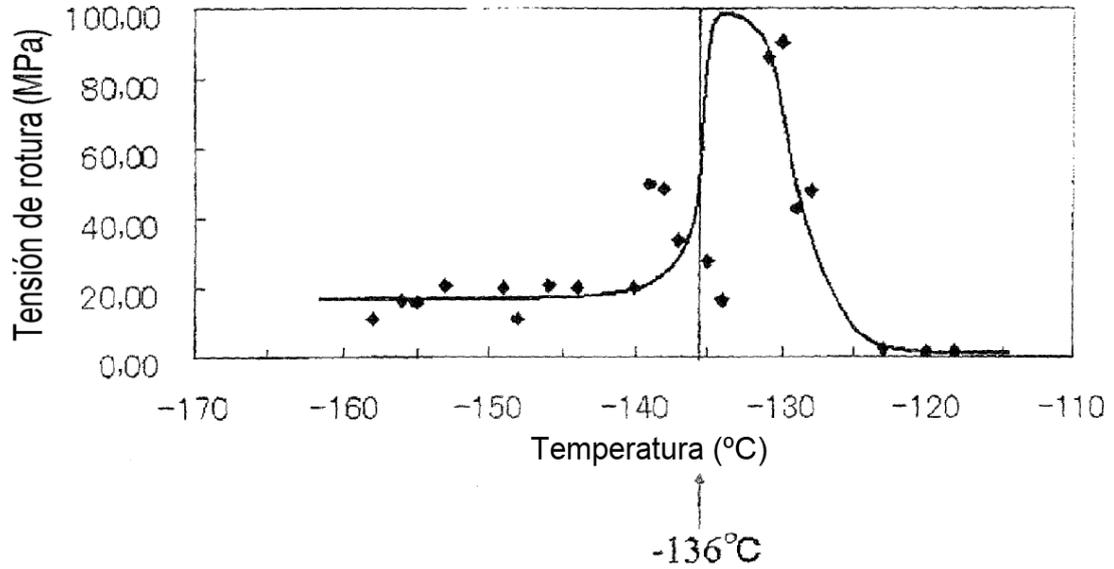
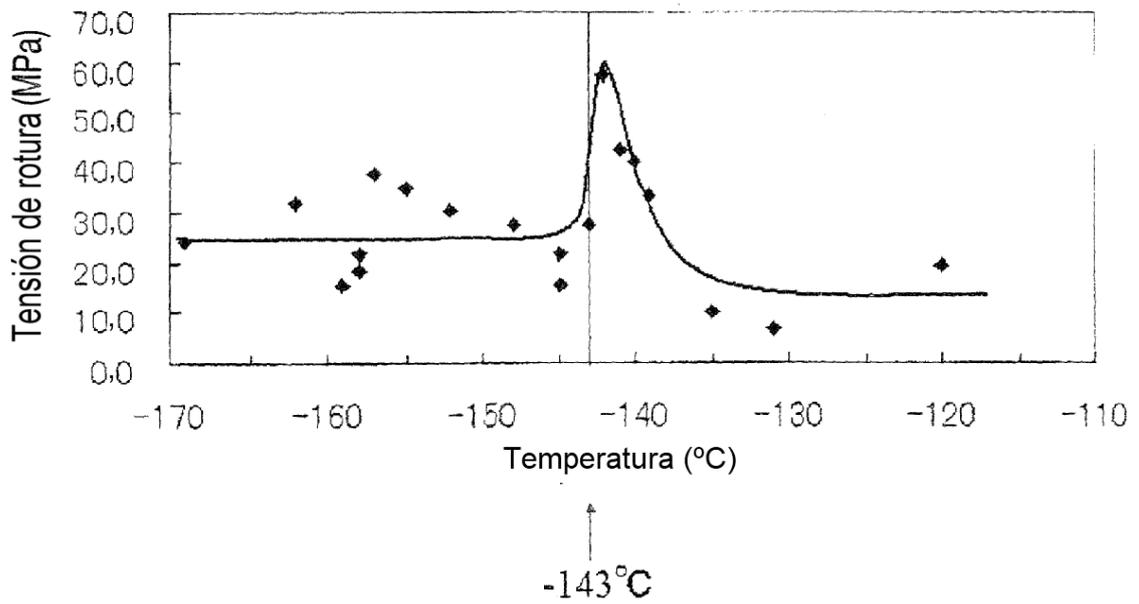


Fig. 2D

Temperatura de fragilidad del aceite esencial de pomelo



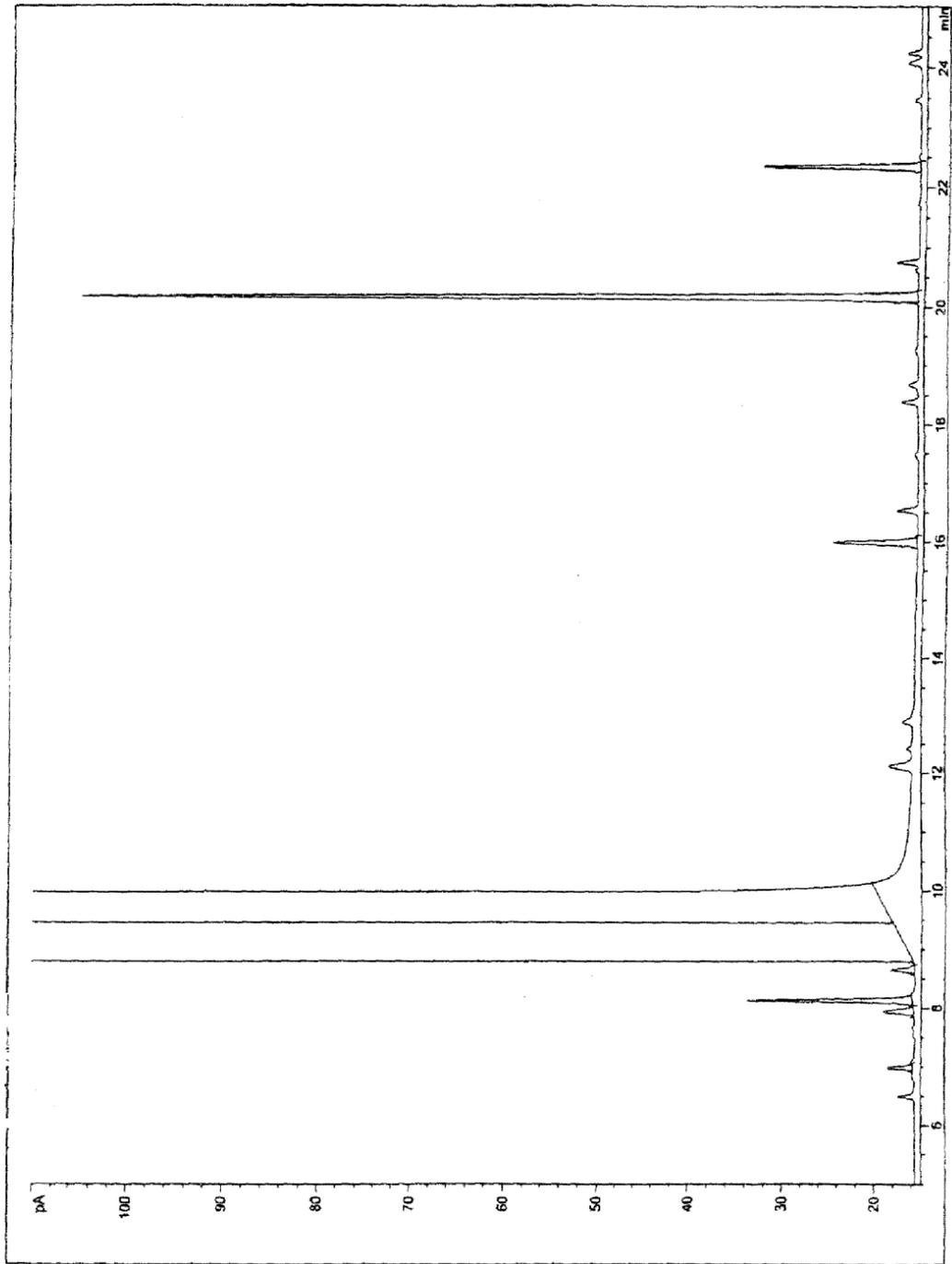


Fig. 3A

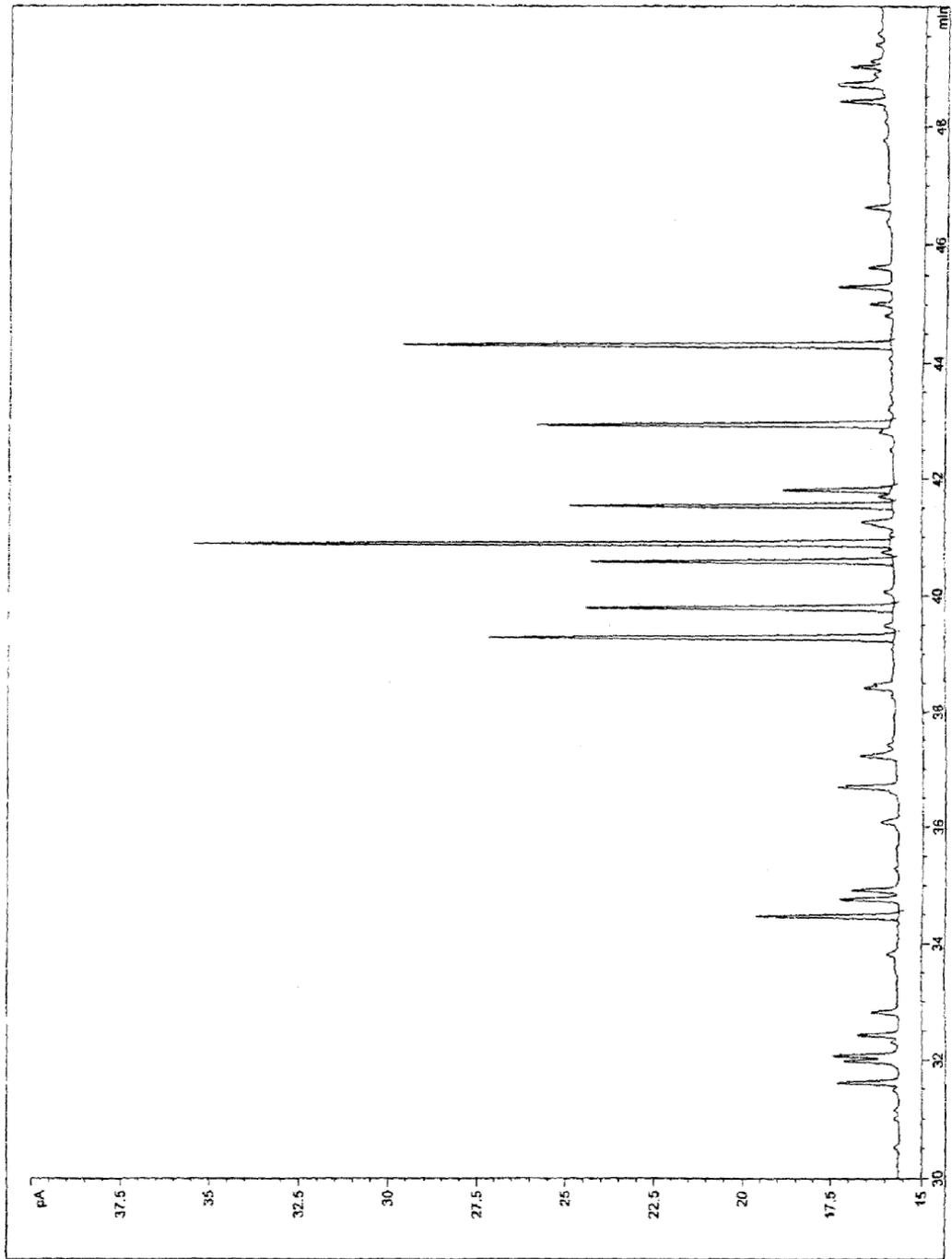


Fig. 3B

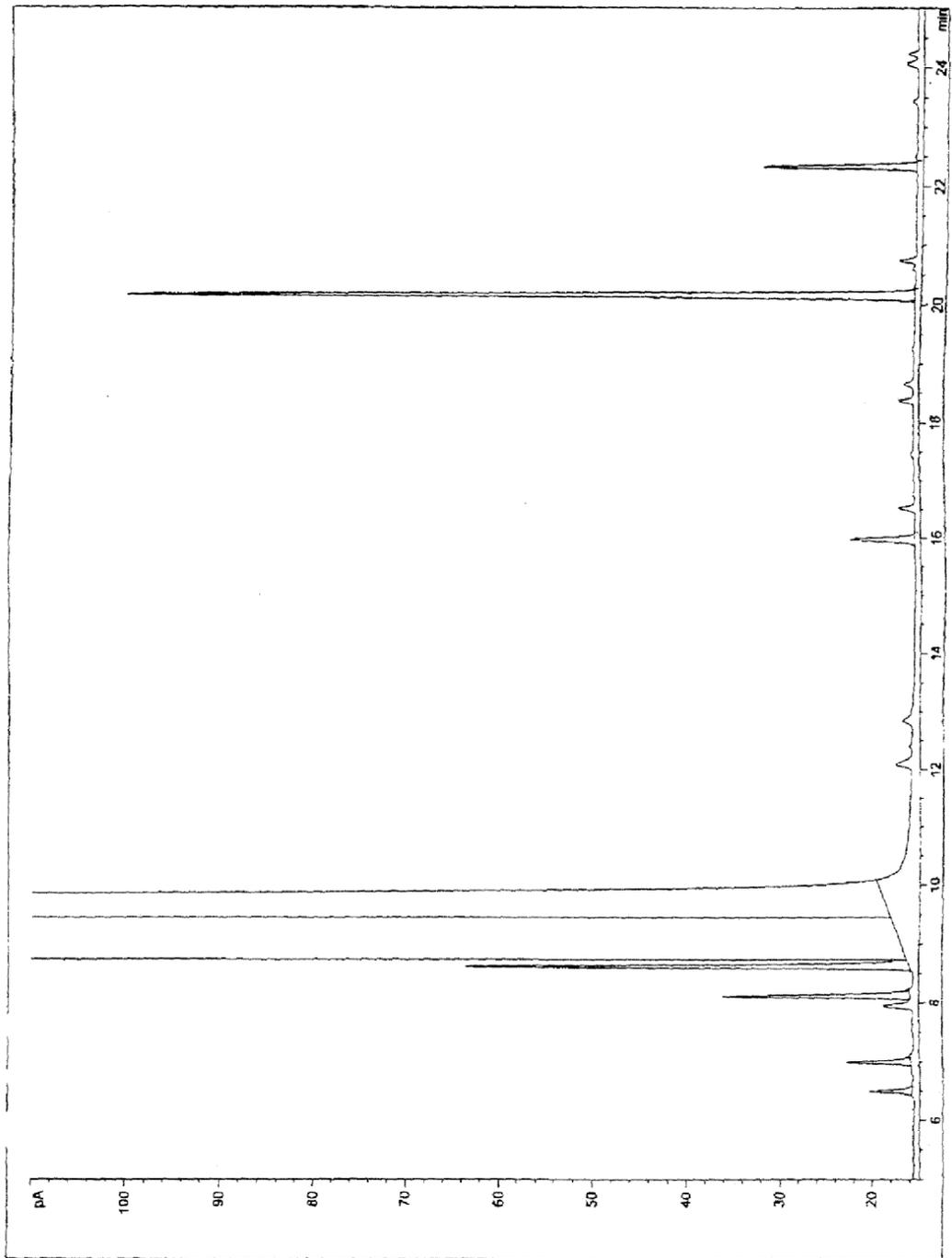


Fig. 3C

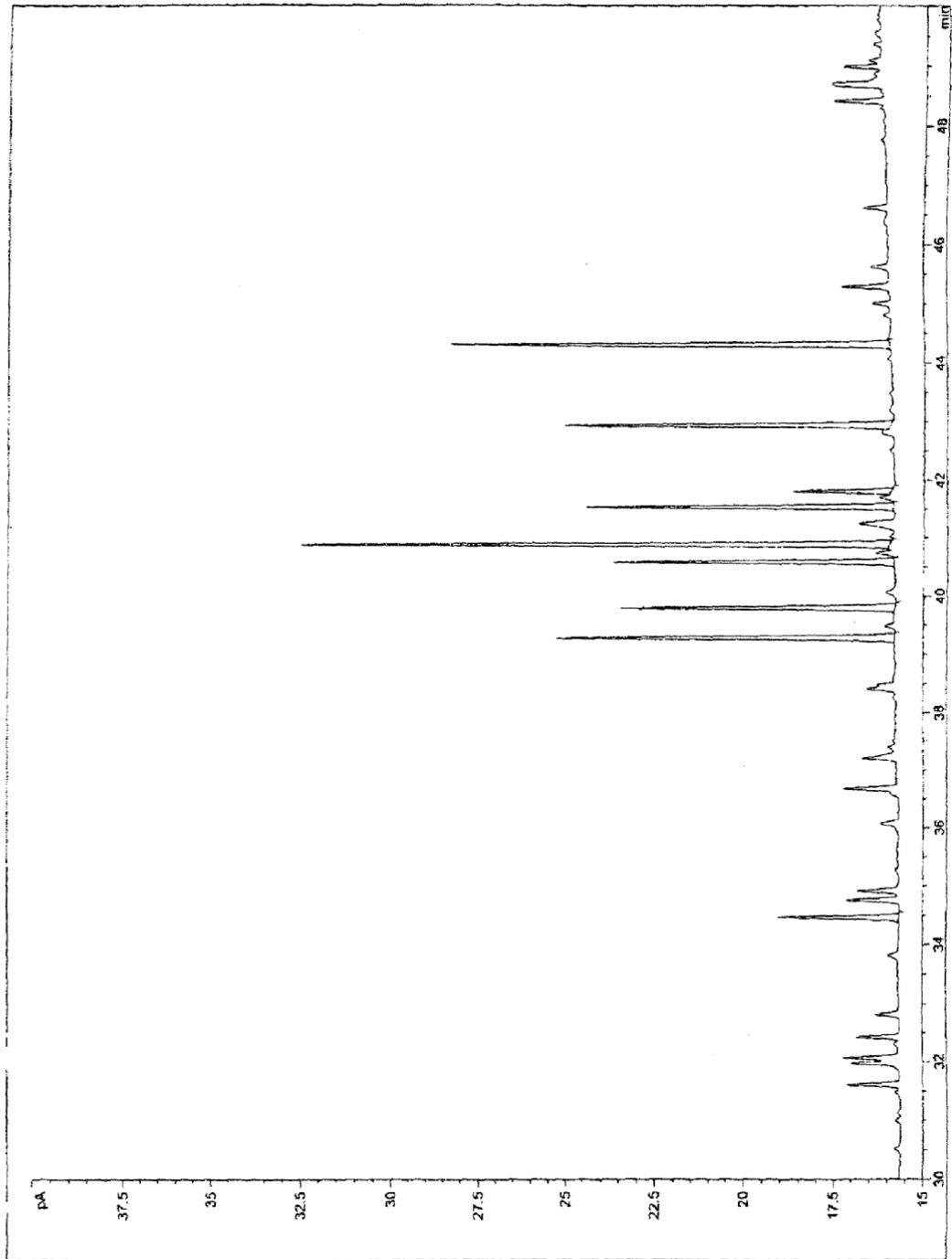


Fig. 3D