

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 716 052**

51 Int. Cl.:

A23L 7/161 (2006.01)

A23L 27/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.03.2012 PCT/US2012/027435**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.09.2012 WO12122010**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.03.2012 E 12754631 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.12.2018 EP 2680712**

54 Título: **Procedimiento para proporcionar composiciones secadas por pulverización capaces de retener compuestos volátiles**

30 Prioridad:

04.03.2011 US 201161449440 P

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

07.06.2019

73 Titular/es:

**INTERNATIONAL FLAVORS & FRAGRANCES
INC. (100.0%)
521 West 57th Street
New York, NY 10019, US**

72 Inventor/es:

**HANS, KEITH, THOMAS;
HENSON, LULU;
LAVALLEE, CHRISTOPHER, THOMAS;
POPPLEWELL, MICHAEL;
WOLFF, ERIC, JESSE y
WRIGHT, MARIA**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 716 052 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

Procedimiento para proporcionar composiciones secadas por pulverización capaces de retener compuestos volátiles

5 Introducción

La presente solicitud de patente reivindica el beneficio de prioridad de la solicitud provisional de Estados Unidos con el número de serie 61/449.440, presentada el 4 de marzo de 2011.

10 Antecedentes de la invención

En la industria alimentaria se han utilizado el secado por pulverización, la liofilización, el secado en cinta continua al vacío y el secado a presión reducida-temperatura baja con un secador al vacío para producir polvos secos de ingredientes saborizantes tales como, por ejemplo, extractos secos de animales y plantas.

15 El secado por pulverización es un procedimiento industrial habitual para secar soluciones o suspensiones líquidas mediante pulverización en una corriente de gas caliente. Es un proceso rápido de una etapa para convertir el líquido de alimentación en un polvo. Generalmente el gas de secado es aire, pero también se puede utilizar nitrógeno para productos especiales que requieren condiciones exentas de oxígeno. Los materiales de alimentación más comunes son soluciones, emulsiones y suspensiones basadas en agua en las que el agua se evapora en el secador. La alimentación líquida se alimenta a un atomizador, que es un dispositivo que rompe la corriente de líquido en gotas pequeñas. Esta atomización tiene lugar dentro de la cámara de secado, de tal forma que las gotas se exponen inmediatamente a aire caliente, que inicia la evaporación rápida de la humedad. Las gotas se convierten en pequeñas partículas de polvo a medida que la humedad se evapora y caen al fondo de la cámara de secado. Se utilizan boquillas de presión, discos giratorios, boquillas de dos fluidos y similares como unidad de atomización. En muchos casos, el tamaño (diámetro) medio de partículas del polvo seco resultante es de aproximadamente 20 μm a 25 500 μm , y el tiempo de secado es de solo 5 a 30 segundos (véase Handbook of Chemistry and Engineering (1999) sexta edición revisada, Maruzen Corporation, p. 770, p. 780). También se ha desarrollado una boquilla de cuatro fluidos, que ha posibilitado el secado por pulverización a gran escala con una gota de líquido que tiene un tamaño de 30 partícula promedio de varios micrómetros.

El procedimiento de secado por pulverización se utiliza en muchos casos de producción a gran escala. En general, para producir un gran volumen de polvo en un período de tiempo corto, se alimenta una solución o una suspensión a una velocidad de alimentación rápida en un secador por pulverización, mientras que la temperatura de entrada del 35 secador por pulverización y la temperatura de salida del mismo se elevan a un nivel tan alto como sea posible, para secar la suspensión a alta velocidad. Por ejemplo, la leche se seca a una temperatura de entrada del secador por pulverización de 150 a 250 °C y la levadura se seca a una temperatura de entrada de 300 a 350 °C. El secado a estas temperaturas tan altas puede afectar negativamente al sabor de la materia prima en sí y producir un polvo seco con olor a quemado. Sin embargo, el secado por pulverización a baja temperatura con el fin de evitar estas desventajas puede aumentar los tiempos y los costes del proceso. Véanse el documento US 2005/0031769 y la patente de Estados Unidos N° 6.482.433.

45 Durante el proceso de secado se crean saborizantes encapsulados secados por pulverización cuando la suspensión acuosa vehículo forma una envoltura alrededor del núcleo de saborizante normalmente basado en aceite. Durante el proceso de secado, se forma rápidamente una película fina de material vehículo alrededor de la gota atomizada y permite que el agua se evapore selectivamente mientras retiene el aceite saborizante (Thijssen y Rulkens (1968) De Ingenieur 80: 45-56). La envoltura protege al núcleo contra el deterioro y la evaporación de compuestos volátiles, pero también permite que el núcleo se libere en las condiciones deseadas, por ejemplo, disolución en agua.

50 El documento EP 1 477 073 A1 divulga un procedimiento para producir un polvo seco que contiene un componente sabroso y lleno de sabor, que incluye el secado por pulverización de un material líquido hidratado que contiene un componente sabroso y lleno de sabor en un estado de gotas de líquido microfinas en atmósfera de gas a una temperatura de salida de un secador por pulverización a de 20 °C a 90 °C y una humedad relativa de salida del 1% de HR al 40% de HR para preparar un polvo seco con un tamaño de partícula promedio de 0,1 μm a 15 μm .

55 El documento US 5.124.162 divulga un saborizante fijado, estable y sin antioxidantes, preparado a partir de una mezcla de saborizante, maltosa, malto-dextrina y un formador de película de carbohidratos mediante secado por pulverización de la mezcla para formar un producto denso de al menos 0,5 g/cc de densidad de flujo sin compresión y menos del 20% de espacio vacío, que es estable contra la oxidación durante un año a 70 °F.

60 El documento EP 0 155 848 A2 proporciona un procedimiento para producir un producto saborizante volátil fijado estable a la humedad, que comprende las etapas siguientes: (a) formar una solución acuosa que contiene sobre una base de sólidos del 65 al 90% de manitol y del 10 al 35% de un carbohidrato, comprendiendo dicho carbohidrato al menos el 95% en peso de sacáridos iguales o superiores a un disacárido; (b) mezclar el saborizante volátil con dicha solución de manitol-carbohidrato; y (c) secar por pulverización dicha solución.

65

Sunatree Vara-Ubol et al., "Effect of Maltodextrin and Inlet Air Temperatures on Quality of Spray Dried Pandan Extract", cita de Internet, (17/07/2003), URL: http://iufost.confex.com/iufost/2003/techprogram/paper_1417.htm, divulga el secado por pulverización de extracto de pandan utilizando una temperatura de entrada de aire de 130, 150 o 170 °C para reducir las posibles pérdidas de aroma y sabor, en el que la adición de maltodextrina al 10% y una temperatura de aire de entrada de 150 °C fueron las condiciones óptimas.

Desde hace tiempo ha existido la necesidad de secar por pulverización materiales naturales y sintéticos para proporcionar sabores frescos, auténticos y preferidos por el consumidor a productos alimenticios y otros productos que contienen saborizante. Asimismo, existe una necesidad similar de secar por pulverización materiales naturales y sintéticos para proporcionar fragancias frescas, intensas, auténticas, preferidas por el consumidor en productos de consumo.

Sumario de la invención

En el presente documento se divulga una composición saborizante secada por pulverización que contiene un saborizante secado por pulverización que tiene compuestos volátiles, en el que los compuestos volátiles están presentes en una cantidad que es al menos el 20% de los compuestos volátiles contenidos originariamente en el saborizante.

También se divulga una composición saborizante secada por pulverización producida secando por pulverización un saborizante que contiene compuestos volátiles en un secador por pulverización que tiene una temperatura de entrada inferior a 100 °C y un punto de rocío de entrada de aire de -10 °C a 5 °C, en la que los compuestos volátiles están presentes en la composición saborizante secada por pulverización en una cantidad que es al menos el 20% de los compuestos volátiles contenidos originariamente en el saborizante.

También se divulga una composición saborizante estable secada por pulverización producida mediante secado por pulverización de un saborizante que contiene compuestos volátiles en un secador por pulverización que tiene una temperatura de entrada inferior a 100 °C y un punto de rocío de entrada de aire de -10 °C a 5 °C, estando presentes los compuestos volátiles en la composición saborizante secada por pulverización en una cantidad que es al menos el 20% de los compuestos volátiles contenidos originariamente en el saborizante.

La invención proporciona un procedimiento para producir una composición secada por pulverización capaz de retener compuestos volátiles. Según este procedimiento, un saborizante que contiene compuestos volátiles se seca por pulverización en un secador por pulverización de tipo atomizador y que comprende un disco giratorio o una boquilla, en el que el secador por pulverización tiene una temperatura de entrada inferior a 100 °C y una humedad del aire de entrada de 0 - 4 g de H₂O/kg de aire seco y tiene una temperatura de salida de entre 35 °C y 55 °C y una humedad del aire de salida de 10 - 20 g de H₂O/kg de aire seco para obtener una composición saborizante secada por pulverización, estando presentes los compuestos volátiles en la composición saborizante secada por pulverización en una cantidad que es al menos el 20% de los compuestos volátiles contenidos originariamente en el saborizante.

Según determinadas formas de realización de los procedimientos de la presente invención, la composición secada por pulverización puede someterse a una etapa de secado adicional en una cámara de lecho fluido conectada a la salida del secador por pulverización, en la que la temperatura del aire de la unidad de lecho fluido es igual o inferior a la temperatura de salida del secador por pulverización. En otras formas de realización, los compuestos volátiles son acetaldehídos, sulfuros de dimetilo, acetatos de etilo, propionatos de etilo, butiratos de metilo o butiratos de etilo. En otras formas de realización más, los compuestos volátiles tienen un punto de ebullición inferior a 200 °C, inferior a 100 °C o inferior a 60 °C.

En formas de realización adicionales, la composición alimentada al secador puede incluir además un material vehículo y/o un disolvente, tal como un disolvente volátil, en la que el saborizante y el vehículo comprenden el 40% y el 70% como material sólido seco de la composición total. Para los fines de la invención, un material sólido seco se define como una combinación de materiales vehículo y saborizantes. En otras formas de realización más, el saborizante se prepara en forma de una emulsión y los compuestos volátiles están presentes en la emulsión en una cantidad que es al menos el 80% de los compuestos volátiles contenidos originariamente en el saborizante. Otras formas de realización adicionales incluyen el uso de nitrógeno o dióxido de carbono en el secador por pulverización. En determinadas formas de realización, la temperatura de entrada de aire se encuentra en el intervalo de 40 °C a 99 °C. Se proporcionan procedimientos de la invención en los que las composiciones saborizantes secadas por pulverización presentan una actividad de agua en el intervalo de 0,1 a 0,6. También se divulgan composiciones con alta intensidad de sabor y su uso en, por ejemplo, una goma de mascar o una bebida.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 muestra una comparación de los perfiles sensoriales de saborizante de naranja entre muestras producidas en diferentes condiciones de HR/temperatura en una solución de degustación de bebida. * Direccionalmente diferente, ** Significativamente diferente en p = 0,05

La figura 2 muestra una comparación de los perfiles de intensidad con el tiempo de saborizante de naranja entre muestras producidas en diferentes condiciones de humedad/temperatura en goma de mascar sin azúcar. ** Significativamente diferente en $p = 0,05$ en estos tiempos transcurridos.

5 La figura 3 muestra una comparación de los perfiles sensoriales de saborizante de bayas entre muestras producidas en diferentes condiciones de humedad/temperatura en una solución de degustación de bebida. ** Significativamente diferente en $p = 0,05$.

10 La figura 4 muestra una comparación de los perfiles de intensidad con el tiempo de saborizante de bayas entre muestras producidas en diferentes condiciones de humedad/temperatura en goma de mascar sin azúcar. ** Significativamente diferente en $p = 0,05$ en estos tiempos transcurridos.

15 La figura 5 es un diagrama del flujo de aire del secador utilizado en la producción de la presente composición.

Descripción detallada de la invención

Se ha descubierto que las boquillas, geometrías y patrones de circulación de los secadores por pulverización comercialmente disponibles se pueden utilizar en procedimientos para producir polvos con una retención elevada de compuestos volátiles y una alta intensidad de sabor, incluso cuando se secan durante un período de tiempo prolongado. En particular, cuando se utiliza un secador por pulverización convencional con una temperatura de entrada inferior a 100 °C y un punto de rocío de -10 °C a 5 °C, se pueden retener niveles elevados de compuestos volátiles. Debido a la mayor eficacia del procedimiento descrito en el presente documento, el secado de composiciones saborizantes que contienen compuestos volátiles se puede lograr a temperaturas relativamente bajas en comparación con los procedimientos de uso convencional. La composición saborizante secada por pulverización resultante tiene una alta intensidad de sabor y presenta una alta calidad de sabor/fragancia que es auténtica con respecto a la fuente natural. Sorprendentemente, estas composiciones saborizantes conservan una intensidad de sabor y una calidad de sabor/fragancia elevadas en diversas aplicaciones de uso final después de un almacenamiento a largo plazo.

30 En el presente documento se divulga una composición saborizante estable secada por pulverización producida mediante secado por pulverización de un saborizante que contiene compuestos volátiles en un secador por pulverización que tiene una temperatura de entrada inferior a 100 °C y un punto de rocío de entrada de aire de -10 °C a 5 °C, estando presentes los compuestos volátiles en la composición saborizante secada por pulverización en una cantidad que es al menos el 20% de los compuestos volátiles contenidos originariamente en el saborizante. Para los fines de la presente invención, la estabilidad se define como una calidad y una intensidad de sabor que siguen siendo aceptables para su uso en aplicaciones de uso final. Preferentemente, una composición saborizante estable secada por pulverización tiene una vida útil de hasta tres años dependiendo de las condiciones de almacenamiento. Los datos de los consumidores, tal como se demuestra en los ejemplos del presente documento, mostraron una preferencia estadísticamente significativa por la composición saborizante divulgada en el presente documento. La calidad preferida por los consumidores de la composición saborizante está respaldada adicionalmente por los atributos seleccionados por los consumidores para describir la calidad de sabor de los prototipos.

45 En el presente documento se divulga una composición saborizante secada por pulverización y un procedimiento para producir dicha composición. Según la presente invención, se produce una composición saborizante secada por pulverización que contiene uno o más compuestos volátiles mediante secado por pulverización de un saborizante en un secador por pulverización de tipo atomizador y que comprende un disco giratorio o una boquilla, presentando el secador por pulverización una temperatura de entrada inferior a 100 °C y una humedad del aire de entrada de 0 a 4 g de H₂O/kg de aire seco y una temperatura de salida de entre 35 °C y 55 °C y una humedad del aire de salida de 10 - 20 g de H₂O/kg aire seco, para obtener un polvo seco. En determinadas formas de realización, la composición secada por pulverización resultante se seca adicionalmente en un lecho fluidizado. Como resultado del presente procedimiento, la composición saborizante secada por pulverización retiene al menos el 20% de los compuestos volátiles contenidos originariamente en el saborizante.

55 A menos que se especifique lo contrario, un saborizante de la divulgación es un saborizante que contiene uno o más compuestos volátiles. Se puede utilizar una diversidad de saborizantes según la presente invención. El saborizante puede elegirse de entre saborizantes sintéticos y compuestos aromáticos saborizantes, y/o aceites, resinas oleosas y extractos de aceites derivados de plantas, hojas, flores, frutas y combinaciones de los mismos. Los aceites saborizantes representativos incluyen, pero sin limitación, aceite de menta verde, aceite de canela, aceite de menta, aceite de clavo, aceite de laurel, aceite de tomillo, aceite de hoja de cedro, aceite de nuez moscada, aceite de salvia y aceite de almendras amargas. También son útiles saborizantes de frutas artificiales, naturales o sintéticos, tales como vainilla, chocolate, café, cacao y aceite de cítricos, incluidos limón, naranja, uva, lima y pomelo, y esencias de frutas tales como manzana, pera, melocotón, fresa, frambuesa, cereza, ciruela, piña, albaricoque, etc. Estos saborizantes se pueden utilizar individualmente o en mezcla.

- Los compuestos volátiles del presente saborizante pueden incluir, pero sin limitación, acetaldehído, sulfuro de dimetilo, acetato de etilo, propionato de etilo, butirato de metilo y butirato de etilo. Los saborizantes que contienen aldehídos o ésteres volátiles incluyen, por ejemplo, acetato de cinamilo, cinamaldehído, citral, dietilacetil, acetato de dihidrocarvilo, formiato de eugenilo y p-metilanol. Otros ejemplos de compuestos volátiles que pueden estar presentes en los presentes aceites saborizantes incluyen acetaldehído (manzana); benzaldehído (cereza, almendra); aldehído cinámico (canela); citral, es decir, alfa-citral (limón, lima); neral, es decir, beta citral (limón, lima); decanal (naranja, limón); etil-vainillina (vainilla, crema); heliotropina, es decir, piperonal (vainilla, crema); vainillina (vainilla, crema); alfa-amil-cinamaldehído (sabores frutales especiados); butiraldehído (mantequilla, queso); valeraldehído (mantequilla, queso); citronelal (modificante, muchos tipos); decanal (cítricos); aldehído C-8 (frutas cítricas); aldehído C-9 (frutas cítricas); aldehído C-12 (frutas cítricas); 2-etil-butilaldehído (frutos de bayas); hexenal, es decir, trans-2 (frutos de bayas); tolil-aldehído (cereza, almendra); veratraldehído (vainilla); 2,6-dimetil-5-heptenal, es decir, melonal (melón); 2-6-dimetil-octanal (fruta verde) y 2-dodecenal (cítricos, mandarina); cereza; o uva y mezclas de los mismos. La composición también puede contener moduladores del sabor y edulcorantes artificiales.
- Las propiedades físicas, químicas y de olor de compuestos volátiles seleccionados se presentan en la tabla 1.

TABLA 1

Compuesto	PM (g/mol)	Punto de ebullición (°C)	Solubilidad en agua (g/l, aprox.)	Elementos descriptivos del olor *
acetaldehído	44,05	21	soluble	acre; etéreo
sulfuro de dimetilo	62,02	36	insoluble	repollo
acetato de etilo	88,11	77	90	etéreo; afrutado
propionato de etilo	102,13	99	14	dulce; afrutado; etéreo
butirato de metilo	102,13	102	15	afrutado; piña
butirato de etilo	116,16	121	6	afrutado; piña

* The Good Scents Company y el índice Merck, 12th Ed.

- La presente invención es particularmente útil para procesar saborizantes con compuestos volátiles que tienen un punto de ebullición inferior a 200 °C, inferior a 150 °C, inferior a 120 °C, inferior a 100 °C, inferior a 80 °C, inferior a 60 °C, inferior a 40 °C, inferior a 20 °C o inferior a 0 °C. Utilizando dichos saborizantes, se retienen niveles más altos de compuestos volátiles, lo que da como resultado una diferencia sensorial perceptible con respecto a procesos de secado convencionales.
- En determinadas formas de realización, la invención incluye además el uso de un material vehículo para mejorar la productividad del procesamiento y la intensidad del sabor. Dichos vehículos pueden incluir cualquier azúcar, derivados de azúcar, almidón modificado, proteínas, celulosas, sales, dextrinas, gomas, alcoholes de azúcar, polioles, péptidos, ácidos, carbohidratos o hidocoloides. Los ejemplos particulares de materiales adecuados incluyen azúcares tales como sacarosa, glucosa, lactosa, levulosa, trehalosa, fructosa, maltosa, ribosa, dextrosa, isomaltitol, sorbitol, manitol, xilitol, lactitol, maltitol, pentatol, arabinosa, pentosa, xilosa, galactosa; hidrolizados de almidón hidrogenado; maltodextrinas o dextrinas (fibra soluble); hidocoloides tales como agar o carragenano; gomas; polidextrosa; proteínas tales como aislados e hidrolizados de proteínas de soja y suero, y caseinatos de sodio; y derivados y mezclas de los mismos. El vehículo se puede seleccionar en función de, entre otros factores, el saborizante deseado, el sabor auténtico y la intensidad que se desea lograr.
- En algunas formas de realización, el saborizante y el material vehículo opcional se disuelven o se emulsionan en un disolvente y subsiguientemente se secan por pulverización. En algunas formas de realización, el disolvente es agua. En otras formas de realización, el disolvente no es agua. En otras formas de realización más, el disolvente es un disolvente volátil. En otras formas de realización más, el disolvente es una mezcla de agua y un disolvente volátil. Como se sabe en la técnica, un disolvente volátil es un líquido no acuoso con propiedades de disolvente que posee la característica de que se evapora fácilmente a temperatura ambiente y presión atmosférica. Los disolventes volátiles de uso particular según la presente invención incluyen, pero sin limitación, etanol, acetato de etilo, acetona.
- Se pueden preparar emulsiones de saborizante según procedimientos de preparación estándar. En resumen, la puesta en práctica implica dispersar y disolver los materiales vehículo secos en disolventes hasta que no haya presencia de grumos. Cuando se utiliza agua como disolvente, puede ser conveniente calentar el agua (por ejemplo, a aproximadamente 50 °C) antes de añadir el material vehículo. Después se añade el saborizante con agitación constante hasta obtener una mezcla homogénea. La emulsión puede someterse adicionalmente a alto cizallamiento u homogeneizarse para reducir el tamaño de las gotas de aceite antes del secado por pulverización.
- En determinadas formas de realización, la emulsión contiene entre el 40% y el 70% de material sólido seco (incluido el saborizante), o de forma más preferida entre el 55% y el 65% de material sólido seco (incluido el saborizante). La

cantidad de material sólido seco se puede ajustar utilizando más o menos agua en función de la solubilidad del material vehículo y de varios factores relacionados con el funcionamiento eficaz del secador por pulverización. Por ejemplo, el tipo y la cantidad de vehículo, la cantidad de agua y/o la cantidad de saborizante se pueden ajustar de forma que la emulsión resultante tenga una viscosidad adecuada para alimentarla a un secador por pulverización para proporcionar gotas de líquido con un tamaño medio de partícula (diámetro medio en volumen) de entre 10 µm y 200 µm. Por ejemplo, cuando se utilizan boquillas de pulverización, tales como una boquilla de tres fluidos y una boquilla de cuatro fluidos, la viscosidad de la suspensión de alimentación es preferentemente de 500 cps o inferior, preferentemente de 200 cps o inferior, y de forma más preferida de 80 cps o inferior. Para un atomizador giratorio (disco giratorio) la viscosidad es preferentemente de 70.000 cps o inferior. Además, la suspensión (es decir, la emulsión) de alimentación se puede calentar (por ejemplo, a un valor cercano a la temperatura de entrada) o enfriar (por ejemplo a 15 °C) inmediatamente antes de añadirla al secador por pulverización para modificar la fluidez. Además, determinados saborizantes, especialmente aquellos que son más solubles en agua, actúan como plastificantes, lo que dificulta el procesamiento debido a la adherencia. A este respecto, las proporciones de materiales vehículo pueden modificarse. Por lo tanto, pueden seleccionarse o modificarse apropiadamente varios factores para su uso en combinación con diferentes aparatos de secado por pulverización.

Además del saborizante y el material vehículo, también puede utilizarse un emulsionante o un tensioactivo en la producción de la composición saborizante secada por pulverización divulgada en el presente documento. Los ejemplos de emulsionantes o tensioactivos adecuados incluyen, pero sin limitación, lecitinas, ésteres de sacarosa, proteínas, gomas, extracto de corteza de jabón, saponinas y similares. Además, se pueden utilizar una diversidad de disolventes en la composición saborizante secada por pulverización divulgada en el presente documento. Dichos disolventes incluyen compuestos volátiles y no volátiles, pero no se limitan a alcohol (por ejemplo, etanol), acetato de etilo, acetona, triglicéridos, aceites vegetales, grasas animales y triacetina.

Los secadores por pulverización disponibles comercialmente pueden utilizarse como en la puesta en práctica de la presente invención. Por ejemplo, se puede utilizar un secador por pulverización con una función de flujo vertical paralelo. El secador por pulverización debe ser un sistema con una función de deshumidificación y secado. Por ejemplo, se prefiere particularmente un secador por pulverización capaz de soplar un alto volumen de aire desecado con un punto de rocío inferior a 5 °C. Para un secador por pulverización sin función de deshumidificación y secado, el secador por pulverización se equipa inevitablemente con un deshumidificador seco, por ejemplo un deshumidificador giratorio de tipo panal (por ejemplo, Nichias Corporation o Sweden PROFLUTE Corporation). Los secadores por pulverización adecuados incluyen el secador por pulverización de microneblita y la serie de granuladores híbridos fabricados por Fujisaki Electric Co., Ltd.; el secador por pulverización fluidizado FSD con lecho fluido interno fabricado por Niro Corporation; el secador por pulverización de granulación de fluidos y el secador por pulverización tipo L-8 fabricado por Ogawara (Japón); los secadores por pulverización tipo DL-21 y GB-21 fabricados por Yamato Scientific Co., Ltd., y el secador de lecho por pulverización Anhydro fabricado por SPX Corporation.

En formas de realización particulares, el secador por pulverización es capaz de generar gotas (partículas) líquidas que tienen un tamaño medio de partícula (diámetro medio en volumen) de entre aproximadamente 10 µm y aproximadamente 200 µm. Específicamente, se prefiere llevar a cabo el secado por pulverización con un secador por pulverización con una boquilla de pulverización capaz de generar un gran volumen de gotas de líquido que tengan un tamaño de partícula promedio de entre aproximadamente 10 µm a aproximadamente 200 µm, preferentemente de aproximadamente 20 µm a aproximadamente 150 µm, y de forma más preferida de aproximadamente 30 µm a aproximadamente 100 µm. Cuando las gotas de líquido se secan, se prefiere un polvo seco que tenga un tamaño de partícula medio (diámetro medio en volumen) de aproximadamente 10 µm a aproximadamente 100 µm para la retención del aceite saborizante.

Entre las condiciones operativas del aparato de secado por pulverización, en determinadas formas de realización, la temperatura de salida del aparato de secado por pulverización se encuentra entre 35 °C y 55 °C. Para los fines de la presente invención, la temperatura de salida del secador por pulverización significa la temperatura de producto del polvo seco en las proximidades de la parte de recogida de polvo del secador por pulverización. Para el secador por pulverización del tipo de flujo vertical paralelo, la temperatura de salida significa la temperatura (temperatura del gas de escape) en la parte del escape del mismo.

En otras formas de realización de la presente invención, la temperatura media del aire de entrada del aparato de secado por pulverización es inferior a 100 °C. En determinadas formas de realización, la temperatura promedio del aire de entrada del aparato de secado por pulverización se encuentra en el intervalo de 40 °C a 99 °C, de forma más preferida de 60 °C a 99 °C y de la forma más preferida de 80 °C a 99 °C. Para los fines del presente documento, la temperatura promedio del aire de entrada es la suma total de todas las corrientes de aire de entrada, por ejemplo, el aire de entrada a la cámara principal y el aire de entrada al/a los lecho(s) fluido(s).

Como característica particular de la presente invención, es deseable controlar los parámetros de producción, que incluyen la temperatura, la presión y la humedad, para lograr una humedad del aire de entrada de 0 a 4 g de H₂O/kg de aire seco. En divulgaciones particulares, el punto de rocío de entrada de aire del aparato de secado por pulverización es de 5 °C o inferior, preferentemente de 0 °C o inferior, de forma más preferida de -5 °C o inferior, y de la forma más preferida de -7,5 °C o inferior. Tal como se sabe en la técnica, la temperatura del punto de rocío es

una función de la temperatura del aire y del % de HR y se puede determinar utilizando una calculadora o tabla psicrométrica. La temperatura del punto de rocío es importante ya que corresponde directamente a la cantidad real de agua en el aire en una base en masa.

5 Una vez que la composición saborizante secada por pulverización se seca o se seca parcialmente en el secador por pulverización, el polvo resultante se puede utilizar en la producción de productos alimenticios, productos farmacéuticos, productos de consumo y similares. Alternativamente, formas de realización particulares presentan la etapa adicional de secar adicionalmente la composición saborizante secada por pulverización en una cámara de lecho fluido conectada a la salida del secador por pulverización. En consecuencia, determinadas formas de realización presentan el uso de un secador por pulverización de lecho fluido integrado para producir la presente composición saborizante secada por pulverización. Este secado secundario puede eliminar, por ejemplo, además del disolvente atrapado, humedad residual y/o agua de hidratación molecular, para proporcionar una composición de partículas de polvo con un contenido de humedad significativamente inferior que es estable en almacenamiento, por ejemplo, durante periodos prolongados a temperatura ambiente.

15 Según esta forma de realización, la temperatura del aire que se suministra a la unidad de lecho fluido se mantiene en o por debajo de la temperatura de salida del secador por pulverización para mantener el beneficio de la retención de saborizantes volátiles. Por lo tanto, la temperatura de entrada de la unidad de lecho fluido se encuentra entre 40 °C y 99 °C, siendo preferentemente de 50 a 95 °C, y de forma más preferida de 60 a 90 °C; y el punto de rocío de entrada se encuentra en el intervalo de -10 a 5 °C.

25 En algunas formas de realización, el lecho fluido tiene una única zona. En otras formas de realización, la unidad de lecho fluido tiene una, dos, tres o más zonas, presentado cada zona una temperatura y un caudal de aire diferentes. En determinadas formas de realización, la unidad de lecho fluido tiene tres zonas, cada una con una temperatura que varía en al menos 10 °C. En formas de realización particulares, la unidad de lecho fluido tiene tres zonas, cada una con una temperatura que varía de 10 °C a 20 °C. A modo de ilustración, el polvo seco de un secador por pulverización con una temperatura de salida de 60 °C podría tener una primera zona de lecho fluido a 60 °C, una segunda zona de lecho de 45 °C y una tercera zona de 25 °C.

30 El secado secundario puede continuar, por ejemplo, durante aproximadamente 5 minutos a aproximadamente 5 horas, o durante aproximadamente 10 minutos a aproximadamente 1 hora, y de la forma más preferida de aproximadamente 20 a 40 minutos hasta que la humedad residual se reduzca al nivel deseado. En formas de realización particulares, el secado secundario continúa hasta que la humedad residual de las partículas de polvo sea inferior al 5 por ciento.

35 Tal como se usa en el presente documento, "seco", "secado" y "sustancialmente secado" abarca aquellas composiciones con de aproximadamente el 0% a aproximadamente el 15% de agua. Preferentemente, la presente composición tendrá una actividad de agua de 0,1 a 0,6, o de forma más deseable de 0,2 a 0,5, y de la forma más preferida de 0,2 a 0,4, pudiendo lograrse dichos niveles de sequedad con o sin secado secundario.

40 El secado también puede tener lugar en la ausencia total o parcial de aire ambiental. A este respecto, el secado puede tener lugar en presencia de CO₂ u otros gases de secado (por ejemplo, nitrógeno). En consecuencia, en formas de realización particulares, el aire del secador por pulverización está parcialmente o totalmente compuesto por dióxido de carbono o nitrógeno. Según esta forma de realización, dióxido de carbono o nitrógeno parcial pretende significar un nivel en el intervalo de 80-99% de dióxido de carbono y/o nitrógeno.

50 Una vez que la composición saborizante secada por pulverización alcanza el nivel deseado de sequedad, puede utilizarse en una diversidad de productos de consumo, alimentos o productos farmacéuticos. En particular, la presente composición saborizante secada por pulverización se puede utilizar en gomas, dulces, productos para el cuidado bucal, bebidas, aperitivos, productos lácteos, sopas, salsas, condimentos, detergentes, suavizantes de telas y otros productos para el cuidado de telas, antitranspirantes, desodorantes, talco, arena para gatos, productos para el cuidado y el peinado del cabello, productos para el cuidado personal, ambientadores, cereales, productos de panadería y productos de limpieza. En formas de realización específicas, la presente composición saborizante secada por pulverización se utiliza para aromatizar chicles y bebidas. Además, el polvo secado por pulverización puede procesarse adicionalmente por extrusión, recubrimiento, aglomeración, mezclado, compactación para impartir una funcionalidad o beneficios adicionales. Aunque la presente invención se describe en términos de la técnica de secado por pulverización, la presente invención puede emplear otras tecnologías o procesos de secado en los que el uso de condiciones de baja humedad y temperatura dé como resultado una mejor calidad del producto por medio de la retención de materiales volátiles.

60 Tal como se usan en el presente documento, todos los porcentajes son porcentajes en peso a menos que se indique lo contrario, se entiende que l es un litro, se entiende que kg es kilogramo y que g es gramo.

Se proporcionan los ejemplos siguientes.

Ejemplo 1: Formulaciones para polvos saborizantes secos

Se realizó una comparación entre fórmulas modificadas y fórmulas de control convencionales. Las fórmulas de control y modificadas ejemplares de polvos saborizantes secos se enumeran en la tabla 2.

5

TABLA 2

Componente	Control	Modificado	Control	Modificado
Saborizante de naranja	20%	16%		
Saborizante de bayas			11%	16%
Almidón modificado	10%	8%	72%	8%
Carbohidratos (por ejemplo, azúcar, jarabe de maíz, maltodextrina)	70%	76%	17%	76%

10

Los polvos de control se produjeron mediante condiciones de proceso convencionales y los polvos modificados se produjeron mediante el presente proceso modificado (figura 5), según las condiciones enumeradas en la tabla 3. En ambos casos, se usó un secador de pulverización convencional sin un lecho fluido integrado.

TABLA 3

Parámetro de funcionamiento del secador por pulverización	Estándar	Modificado
Temperatura del aire de entrada (°C)	170 - 210	< 100
Humedad del aire de entrada (g de H ₂ O/kg de aire seco)	2 - 18	0 - 4
Temperatura del aire de salida (°C)	80 - 100	35 - 55
Humedad del aire de salida (g de H ₂ O/kg de aire seco)	45 - 55	10 - 20
Tipo de atomizador	Disco giratorio	Disco giratorio o boquilla

15

Se operó bien con todas las formulaciones con un mínimo de retenciones, adherencias u otros problemas en el secador por pulverización convencional.

20

Ejemplo 2: Retención de compuestos volátiles en la formulación de saborizante de naranja modificada

25

Utilizando análisis GC-FID (cromatografía de gases-detector de ionización de llama), se determinó el perfil de compuestos volátiles de las formulaciones de saborizante de naranja del ejemplo 1. Este análisis indicó que la retención de materiales volátiles específicos para el polvo modificado en comparación con el nivel en la emulsión fue de aproximadamente el 72%, el 75% y el 52% para propionato de etilo, butirato de etilo y acetaldehído, respectivamente. La tabla 4 indica la proporción de compuestos volátiles retenidos en el polvo modificado en comparación con el polvo de control. Los ensayos sensoriales mostraron el beneficio del polvo modificado sobre el polvo de control en una solución de degustación de bebida (aroma general y sabor a naranja significativamente superiores; figura 1) y en goma de mascar (intensidad del sabor a naranja significativamente mayor en los intervalos de 30 y 60 segundos; figura 2).

30

TABLA 4

Saborizante de naranja	Propionato de etilo	Butirato de etilo	Acetaldehído
Modificado	2,3	1,6	1,8
Control	1,0	1,0	1,0

35

Ejemplo 3: Retención de compuestos volátiles en la formulación del saborizante de bayas modificada

40

Usando análisis GC-FID, se determinó el perfil de compuestos volátiles de las formulaciones de saborizante de bayas del ejemplo 1. Este análisis indicó que la retención de materiales volátiles específicos para el polvo modificado en comparación con el nivel en la emulsión fue de aproximadamente el 24%, el 35% y el 87% para sulfuro de dimetilo, acetato de etilo y butirato de etilo, respectivamente. La tabla 5 indica la proporción de compuestos volátiles retenidos en el polvo modificado en comparación con el polvo de control. Los ensayos sensoriales mostraron el beneficio del polvo modificado sobre el polvo de control en una solución de degustación de bebida (aroma y sabor a bayas significativamente superiores, entre otros; figura 3) y en goma de mascar (intensidad de sabor a bayas significativamente mayor en los intervalos de 30 y 60 segundos; figura 4).

TABLA 5

Saborizante de bayas	Sulfuro de dimetilo	Acetato de etilo	Butirato de etilo
Modificado	12,7	13,4	4,5
Control	1,0	1,0	1,0

Ejemplo 4: Efectos de las temperaturas de proceso del secador

Para determinar el efecto de las temperaturas de proceso del secador en las propiedades físicas y la calidad del sabor de un saborizante de cítricos, se utilizaron diferentes temperaturas de entrada y salida de aire del secador por pulverización. En la tabla 6 se presentan el contenido de compuestos volátiles resultantes, y la intensidad del sabor y el aroma según lo determinado por un panel de expertos.

TABLA 6

Temperatura de entrada/salida (°C)	Actividad de agua	Contenido de acetaldehído (% del nominal)	Clasificación de la intensidad del sabor	Clasificación de la intensidad del aroma
190/90	0,16	37	1	1
93/45	0,27	42	2*	2*

* 2 = más alto.

Además de los resultados anteriores, ambas composiciones secadas por pulverización mostraron propiedades de flujo libre después de 7 semanas a 40 °C en un recipiente cerrado. Estos resultados indican que una temperatura de entrada de aire por debajo de 100 °C reduce la pérdida de compuestos saborizantes volátiles, proporciona una intensidad sensorial mejorada, al tiempo que mantiene la actividad de agua del producto a un nivel que evita el apelmazamiento cuando se expone a temperaturas ambientales superiores.

Ejemplo 5: Estabilidad de los saborizantes de frutas y menta en la goma de mascar

Se evaluó la estabilidad de saborizantes de manzana y menta en goma de mascar. Las composiciones saborizantes se secaron por pulverización según el presente procedimiento, se incorporaron a la goma de mascar, y la estabilidad del saborizante se evaluó por un panel de expertos después del almacenamiento a 32 °C durante 2 o 12 semanas o 21 °C durante 12 semanas. Los resultados del prototipo de goma con sabor a manzana, en comparación con un control, se presentan en la tabla 7 y la figura 6. Las muestras de control se procesaron con saborizantes secados por pulverización utilizando condiciones de secado convencionales.

TABLA 7

Goma con sabor a manzana	Estabilidad del saborizante prototipo			Estabilidad del saborizante de control		
	32 °C		21 °C	32 °C		21 °C
	2 semanas	12 semanas	12 semanas	2 semanas	12 semanas	12 semanas
Caramelo de plátano	4,5	4,5	4	4	2	3
Manzana verde	5,5	4	4,5	3	2	3
Afrutado maduro	6	5	5,5	4	3	4
Dulce	n.d.	6	6	n.d.	5	5
Agrio	n.d.	4	4	n.d.	3	3.5
Salivación	n.d.	4	5	n.d.	3	4
Astringente	n.d.	3	3	n.d.	2.5	3

Escala: escala de 10 puntos (10 = más alta). Panel de expertos de cuatro evaluadores. n.d. = no determinado.

El análisis presentado en la tabla 7 indica que el saborizante de manzana producido mediante el presente procedimiento era tan estable como una composición secada por pulverización convencional a 21 °C (12 semanas) o 32 °C (12 semanas). Sin embargo, el efecto de sabor a manzana producido por el presente procedimiento fue más fuerte después del almacenamiento a 32 °C durante 12 semanas que el de la composición convencional secada por pulverización almacenada a 21 °C durante 12 semanas.

Los resultados del prototipo de goma con sabor a menta, en comparación con un control, se presentan en la tabla 8.

TABLA 8

5

Goma con sabor a menta	Estabilidad del saborizante prototipo			Estabilidad del saborizante de control		
	32 °C		21 °C	32 °C		21 °C
	2 semanas	12 semanas	12 semanas	2 semanas	12 semanas	12 semanas
Menta	6	4,5	5,5	4,5	3	3,5
Mentol	5,5	4,5	5,5	5,5	3	3,5
Dulce cremoso	5	4	4,5	4,5	3,5	3,5
Dulce	n.d.	6,5	7	n.d.	6	7
Amargo	n.d.	1	1	n.d.	1	1
Astringente	n.d.	1	1	n.d.	1	1
Sabor desagradable (plástico)	n.d.	0	0	n.d.	1	3

Escala: escala de 10 puntos (10 = más alta). Cuatro probadores. n.d. = no determinado.

El análisis presentado en la tabla 8 indica que el saborizante de menta producido mediante el presente procedimiento era tan estable como una composición secada por pulverización convencional a 21 °C (12 semanas) o 32 °C (12 semanas). Sin embargo, el efecto del sabor a menta producido por el presente procedimiento fue más fuerte después del almacenamiento a 32 °C durante 12 semanas que el de la composición convencional secada por pulverización almacenada a 21 °C durante 12 semanas.

En general, los resultados de este análisis indicaron que los atributos sensoriales deseables de los saborizantes de manzana y menta se mantuvieron mejor en la goma de mascar con el prototipo de saborizante durante 12 semanas a 32 °C.

Ejemplo 6: Estabilidad del saborizante de frambuesa en una mezcla de refrescos en polvo

Se evaluó la estabilidad del saborizante de frambuesa en una mezcla de refrescos en polvo. Una composición saborizante de frambuesa se secó por pulverización según el presente procedimiento, se incorporó a una mezcla de refresco en polvo, y un panel de expertos evaluó la estabilidad del saborizante después de su almacenamiento durante 8 semanas a 38 °C. Los resultados de la mezcla prototipo de refresco que contiene la presente composición saborizante secada por pulverización, en comparación con un control, se presentan en la tabla 9. La muestra de control fue un saborizante secado por pulverización procesado utilizando condiciones de secado convencionales.

25

TABLA 9

Muestra	Grado de diferencia *	Descripción
Prototipo	9	No hay presencia de sabores desagradables. Atributos de sabor similares a la referencia refrigerada.
Control	7	Falta de plenitud, dulzura, pérdida de efecto y jugosidad en comparación con la referencia refrigerada.

* Escala: 1-3: diferencia muy grande, presencia de sabores desagradables; 10: no diferente de la referencia refrigerada.

Este análisis indicó que después de 8 semanas de almacenamiento acelerado, el prototipo de frambuesa mantuvo la calidad del sabor.

30

Ejemplo 7: Evaluación de caldos con sabor

Las composiciones saborizantes secadas por pulverización, preparadas según el presente procedimiento, se incorporaron en caldos con sabor y los atributos de los caldos se evaluaron por un panel de consumidores. Los atributos de los caldos prototipo, en comparación con un control, se presentan en la tabla 10. Los caldos de control se prepararon a partir de saborizantes secados por pulverización procesados usando condiciones de secado convencionales.

35

TABLA 10

Tipo de saborizante	% de preferencia por prototipo *	Atributos ** Prototipo frente a control
Pollo	77 (N = 65, p = 0,0001)	Más sabor a carne blanca, sabor más fresco, más equilibrado, más redondo, más aroma general
Ternera	59 (N = 63, p = 0,17)	Más aroma general, sabor más tostado, sabor más intenso, más memorable

* La comparación por parejas forzó la elección del ensayo de preferencia entre los usuarios de la categoría.
 ** Significativamente diferente en un intervalo de confianza superior o igual al 90%.

5 Los datos del consumidor mostraron una preferencia estadísticamente significativa por los saborizantes prototipo. Esto se ve respaldado por los atributos seleccionados por los consumidores para describir la calidad del sabor de los prototipos.

Ejemplo 8: Estabilidad sensorial de polvos limpios en envases de alta barrera

10 La estabilidad de varios prototipos de saborizantes en envases de alta barrera (FRESHTEK) se evaluó después del almacenamiento durante 6, 12 o 18 semanas a 40 °C. Los atributos de los polvos prototipo se presentan en la tabla 11.

TABLA 11

15

Prototipo	Descripción*		
	6 semanas	12 semanas	18 semanas
Melocotón 11-71	Aceptable	Aceptable	Aceptable
Manzana 11-58	Aceptable	Aceptable Ligero sabor desagradable	En el límite Ligero sabor desagradable, notablemente más débil que la referencia
Naranja de Valencia 11-299	Aceptable	Aceptable No hay sabor a óxido	Aceptable No hay sabor a óxido
Lima 11-331	Aceptable	Aceptable No hay sabor a óxido, ligeramente más débil que la referencia.	En el límite No hay sabor a óxido, notablemente más débil que la referencia
Limón brasileño 11-315	Aceptable	Aceptable No hay sabor a óxido	Aceptable No hay sabor a óxido

* Evaluación del panel de expertos, la muestra de referencia se mantuvo congelada durante el estudio de almacenamiento.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para producir una composición saborizante secada por pulverización capaz de retener compuestos volátiles que comprende
- 5 secar por pulverización un saborizante que contiene compuestos volátiles en un secador por pulverización de tipo atomizador y que comprende un disco giratorio o una boquilla, teniendo el secador por pulverización una temperatura de entrada inferior a 100 °C y una humedad del aire de entrada de 0 a 4 g de H₂O/kg de aire seco y una
- 10 temperatura de salida de entre 35 °C y 55 °C y una humedad del aire de salida de 10 - 20 g de H₂O/kg de aire seco, para obtener una composición saborizante secada por pulverización, en la que los compuestos volátiles están presentes en la composición saborizante secada por pulverización en una cantidad que es al menos el 20% de los compuestos volátiles contenidos originariamente en el saborizante.
- 15 2. El procedimiento de la reivindicación 1, que además comprende secar la composición saborizante secada por pulverización en una cámara de lecho fluido conectada a la salida del secador por pulverización, en el que la temperatura del aire de la unidad de lecho fluido es igual o inferior a la temperatura de salida del secador por pulverización.
- 20 3. El procedimiento de la reivindicación 1 o 2, en el que los compuestos volátiles son acetaldehídos, sulfuros de dimetilo, acetatos de etilo, propionatos de etilo, butiratos de metilo o butiratos de etilo.
- 25 4. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que los compuestos volátiles tienen un punto de ebullición inferior a 200 °C, inferior a 100 °C o inferior a 60 °C.
- 30 5. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el saborizante comprende además un material vehículo.
- 35 6. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el saborizante comprende además un disolvente.
- 40 7. El procedimiento de la reivindicación 6, en el que el disolvente es un disolvente volátil.
8. El procedimiento de la reivindicación 6, en el que el saborizante y el material vehículo opcional comprenden el 40% y el 70% como material sólido seco de la composición total.
9. El procedimiento de la reivindicación 6, que además comprende preparar el saborizante como una emulsión, estando presentes los compuestos volátiles en la emulsión en una cantidad que es al menos el 80% de los compuestos volátiles contenidos originariamente en el saborizante.
10. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que la temperatura de entrada de aire se encuentra en el intervalo de 40 °C a 99 °C.
11. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que la actividad de agua de la composición saborizante secada por pulverización se encuentra en el intervalo de 0,1 a 0,6.

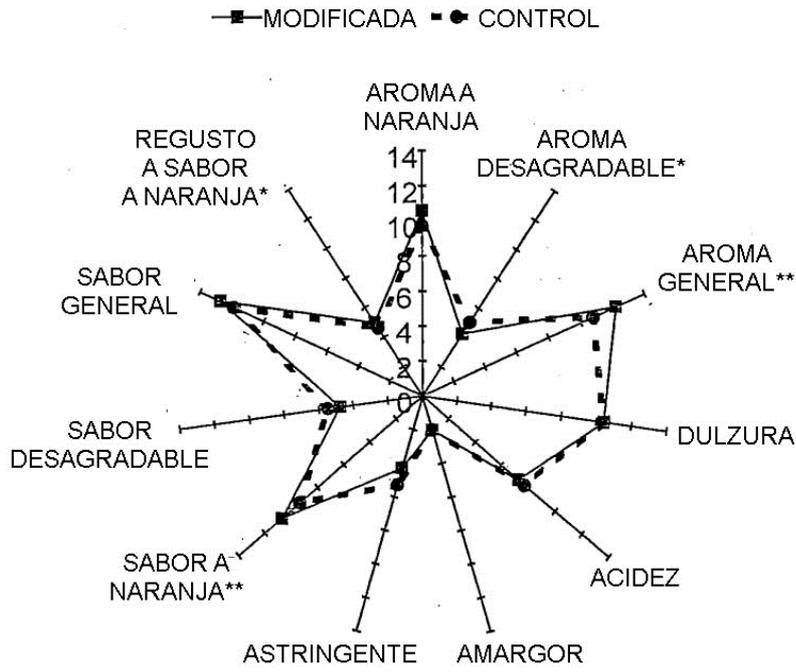
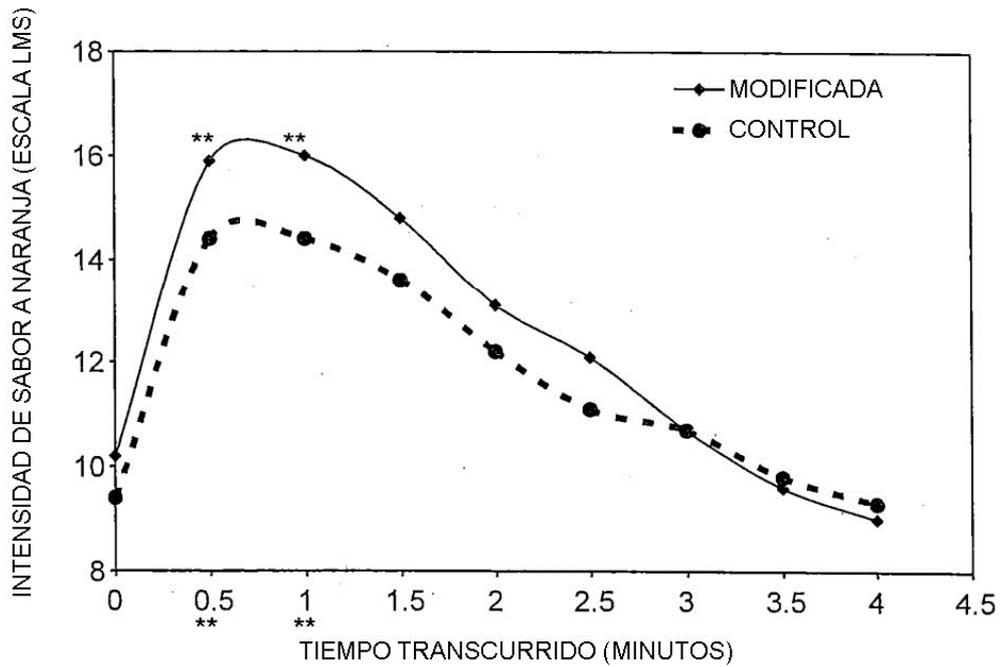


FIG. 1



** SIGNIFICATIVAMENTE DIFERENTE EN P = 0,05 EN ESTOS TIEMPOS TRANSCURRIDOS

FIG. 2

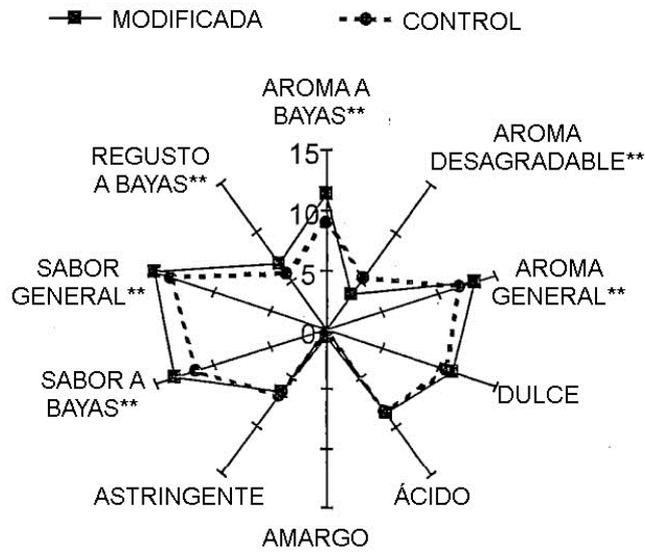
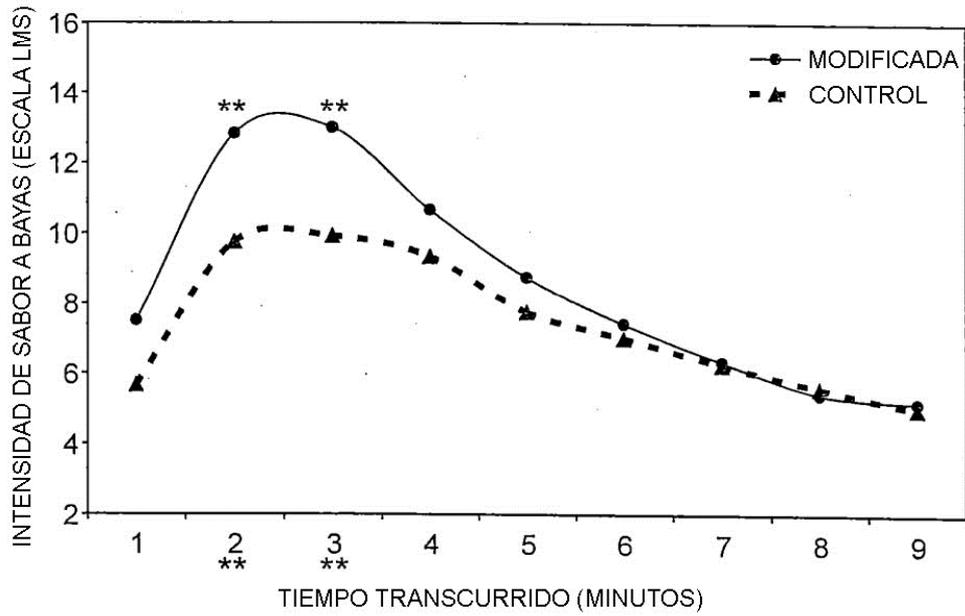


FIG. 3



** SIGNIFICATIVAMENTE DIFERENTE EN P = 0,005 EN ESTOS TIEMPOS TRANSCURRIDOS

FIG. 4

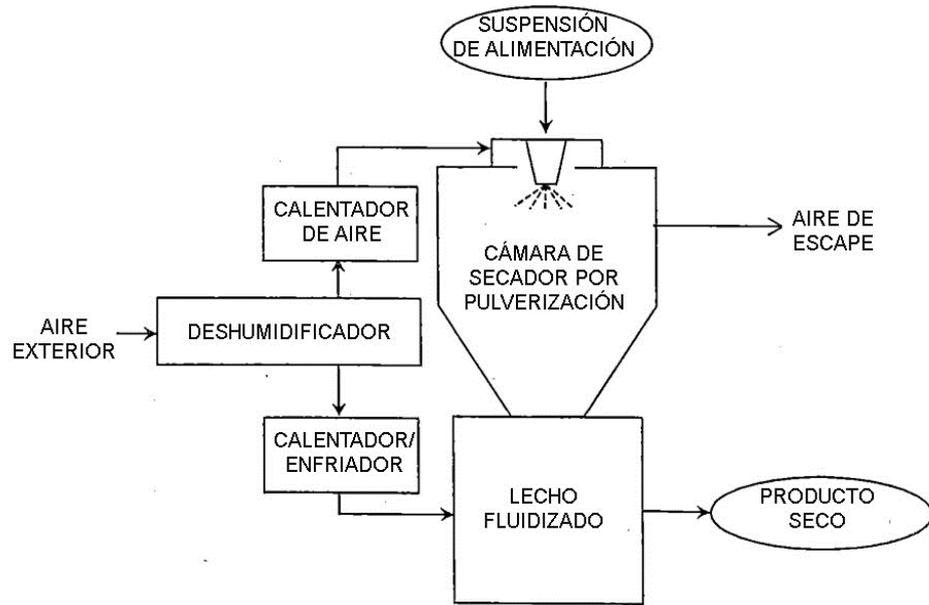


FIG. 5