

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 753 421**

51 Int. Cl.:

A23L 27/10 (2006.01)
A23L 27/12 (2006.01)
A23L 2/00 (2006.01)
A23L 2/64 (2006.01)
B01D 3/38 (2006.01)
C11B 9/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.12.2014 PCT/JP2014/083692**

87 Fecha y número de publicación internacional: **02.07.2015 WO15098744**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.12.2014 E 14873279 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.10.2019 EP 3087849**

54 Título: **Método de recuperación de aroma preferible de biomaterial**

30 Prioridad:

27.12.2013 JP 2013273318

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

08.04.2020

73 Titular/es:

SUNTORY HOLDINGS LIMITED (100.0%)
1-40 Dojimahama 2-chome Kita-ku
Osaka-shi, Osaka 530-8203, JP

72 Inventor/es:

YOKOYAMA, AKIYUKI y
URABE, HIROYUKI

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 753 421 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 recuperación de aroma preferible de biomaterial

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un método de recuperación selectiva de aromas favorables de ingredientes biológicos. Más particularmente, la presente invención se refiere a un método de recuperación selectiva de aromas favorables de ingredientes biológicos vegetales o animales con el uso de destilación con vapor de agua. La presente invención también se refiere a un aparato que se puede usar en dicho método.

Técnica anterior

Se ha informado de diversos métodos de recuperación de componentes de aroma contenidos en ingredientes biológicos.

Por ejemplo, hubo un informe de un método de captura de aromas que comprende: calentar un ingrediente de alimento para generar un componente de aroma; suministrar el componente de aroma por un gas portador; y pasar el componente de aroma suministrado con el gas portador mediante soluciones de disolución y captura para disolver y capturar el componente de aroma (Literatura de patentes 1).

También se conocía un método de extracción que hace posible recuperar un componente de aroma requerido contenido en un ingrediente que contiene componente de aroma como granos de café sin dañar dicho componente de aroma, comprendiendo el método de extracción extraer un componente volátil mediante destilación con vapor de agua (por ejemplo, Literatura de patentes 2).

La destilación con vapor de agua se conoce como un método tradicional de destilación. Se conoce bien que están disponibles diversos modos de destilación con vapor de agua, tales como: un modo en el que un ingrediente sólido se dispone sobre un bastidor de red o similares y se sopla vapor de agua sobre la superficie del ingrediente, mientras que el ingrediente se mantiene no sumergido en un líquido, por lo que se recupera un componente difícilmente volátil (también denominada destilación sólida) (por ejemplo, Literatura de patentes 3); y un modo en el que el vapor de agua se sopla directamente sobre un ingrediente sin usar un bastidor de red, como en el caso de destilación para la producción de shochu de patata y similares (también denominado destilación directa).

Se conocía además un método de producción de bebidas espirituosas de ciruela en el que primero se infunde una fruta en bebidas espirituosas neutras, shochu, o similares, durante un cierto periodo de tiempo para obtener un licor infundido, como en el caso de la producción de un licor de ciruela, y entonces el licor infundido se somete a destilación a vacío (por ejemplo, Literatura de patentes 4).

La Literatura de patentes 5 se refiere a un método de producción de un líquido aromatizado con compuestos de aroma de chocolate, en donde se condensa un gas que comprende aroma derivado de cacao o un producto basado en cacao y agua para proporcionar una fase acuosa líquida y una fase gaseosa; y la fase gaseosa se somete a presurización en presencia de un líquido de absorción.

La Literatura de patentes 6 desvela un dispositivo de extracción de compuestos volátiles para extraer un compuesto volátil de una muestra que contiene el compuesto volátil, en donde el dispositivo comprende una porción generadora de vapor para generar un vapor no mezclado con el compuesto volátil contenido en la muestra, una porción de almacenamiento de muestra que puede almacenar la muestra y se usa para ventilar la muestra con un vapor generado en la porción generadora de vapor, y una porción de extracción de compuestos volátiles en la que se puede introducir una mezcla gaseosa que comprende el vapor y el compuesto volátil vaporizado en la porción de almacenamiento de muestra por la ventilación y que almacena un disolvente para el compuesto volátil introducido.

La Literatura de patentes 7 desvela un extracto de té obtenido añadiendo una solución recuperada a una solución extraída de residuos de destilado en la que se realiza la destilación con vapor de agua.

La Literatura de patentes 8 desvela un método de recuperación de componentes de aroma de bebidas aromáticas, tales como café, que comprende la generación de un gas que contiene componentes de aroma por inyección de un gas inerte en un extractor, seguido por la recuperación de dichos aromas poniendo en contacto el gas que contiene los componentes de aroma con un disolvente tal como agua o alcohol.

La Literatura no patente 1 se refiere a la determinación por cromatografía de gases de constituyentes volátiles en brandis yugoslavos de ciruela.

Lista de referencias

Literatura de patentes

- Literatura de patentes 1: Publicación de solicitud de patente japonesa N° JP H04-252153
 Literatura de patentes 2: Publicación de solicitud de patente japonesa N° JP 2011-515
 Literatura de patentes 3: Publicación de solicitud de patente japonesa N° JP 2007-124906
 5 Literatura de patentes 4: Publicación de solicitud de patente japonesa N° JP 2006-109799
 Literatura de patentes 5: CA 2 839 041 A1
 Literatura de patentes 6: JP 2012-56894 A
 Literatura de patentes 7: JP 2012-5419 A
 Literatura de patentes 8: JP H10 286063 A
 10 Literatura no patente 1: Mirko Filajdic et al., Journal of the Science of Food and Agriculture, 1973, vol. 24(7), pp. 835-842.

Sumario de la invención

15 Problema técnico

Como se ha descrito anteriormente, se ha informado de diversos métodos de recuperación de ingredientes contenidos en componentes de aroma, pero todavía existe la necesidad de desarrollar un método que haga posible recuperar selectivamente aromas favorables de ingredientes biológicos. Además, los presentes inventores
 20 encontraron que para obtener eficientemente cualquier tipo dado de característica o componente de aroma deseado de un ingrediente biológico, no es suficiente realizar simplemente la destilación por un método convencionalmente conocido, con ajustes hechos a las condiciones para los estados del ingrediente biológico y un licor infundido, cantidad de alimentación de vapor de agua y método, reducción del grado de presión, y zona de la temperatura de destilación.

25 Así, la presente invención tiene como su objeto proporcionar un método que haga posible recuperar selectivamente un componente de aroma deseado o característico de un ingrediente biológico en una forma más eficiente sin recuperar ningún componente de aroma desfavorable en la medida de lo posible. La presente invención puede proporcionar un método que haga posible recuperar eficientemente un componente de aroma fresco y favorable
 30 característico de un ingrediente biológico, particularmente si este ingrediente es una fruta, sin recuperar ningún componente de aroma desfavorable en la medida de lo posible.

Solución al problema

35 Los presentes inventores han hecho amplios estudios en vista de lograr el objeto anteriormente mencionado, y como resultado encontraron que una cantidad sorprendente de un componente de aroma deseado o característico puede ser fácilmente selectivamente recuperada de un ingrediente biológico, no solo recuperando el aroma por un método convencional de destilación con vapor de agua, sino también dirigiendo esa parte de componente de aroma, que pasa a través como un gas sin ser condensado en una etapa de refrigeración del proceso de destilación, a un
 40 recipiente que contiene líquido, donde el contacto gas-líquido se efectúa para recuperar esa parte de componente de aroma en el líquido. Así, los inventores han completado la presente invención.

Más específicamente, la presente invención es como se describe en las reivindicaciones adjuntas.

45 Efectos ventajosos de la invención

Usando el método de la presente invención, se pueden recuperar selectivamente aromas favorables de ingredientes biológicos. Además, los aromas favorables de ingredientes biológicos se pueden conferir a diversas bebidas que incluyen bebidas alcohólicas, y similares, añadiendo los líquidos recuperados obtenidos por el método inventivo a las
 50 bebidas y similares.

Breve descripción de dibujos

55 La Fig. 1 muestra un diagrama esquemático de un sistema usado en los ejemplos de trabajo, que ilustra un estado en el que después de alimentar vapor de agua a un recipiente que contiene un ingrediente biológico, el vapor de agua pasa a través de un refrigerador de vapor de agua, y hasta que destila un destilado, un gas que contiene un aroma del ingrediente biológico (que parte del componente de aroma que no condensa por refrigeración) se transfiere a un líquido de recuperación, en el que se generan burbujas para recuperar el gas de aroma por contacto gas-líquido.

60 La Fig. 2 muestra un diagrama esquemático similar a aquél en la Fig. 1, de un sistema usado en los ejemplos de trabajo, que ilustra un tiempo cuando, después de destilar un destilado, el destilado y una solución cargada por adelantado para recuperar un gas que contiene aroma se mezclan en cantidades apropiadas, y tras esto se detiene la destilación.

65

Descripción de realizaciones

La presente invención se refiere a un método de recuperación selectiva de un aroma favorable de un ingrediente biológico, y más particularmente a un método de recuperación selectiva de un aroma favorable de un ingrediente biológico usando destilación con vapor de agua, así como a un aparato para su uso en dicho método. Cuando se añade un líquido recuperado obtenido por dicho método a una bebida tal como una bebida alcohólica, se puede producir una bebida que tiene un aroma favorable de un ingrediente biológico conferido a la misma.

A continuación, la presente invención se describirá con detalle.

<Método de recuperación de un componente de aroma>

Se desvela en el presente documento, y no es parte de la invención, un método de recuperación de un componente de aroma de un ingrediente biológico que comprende las etapas de: alimentar vapor de agua a un recipiente que contiene el ingrediente biológico para poner en contacto el vapor de agua con el ingrediente biológico; enfriar el vapor de agua pasándolo a través del recipiente que contiene el ingrediente biológico; y dirigir esa parte de componente de aroma, que pasa a través como un gas sin ser condensado en la etapa de enfriamiento, a un recipiente que contiene líquido, donde el contacto gas-líquido se efectúa para recuperar esa parte de componente de aroma en el líquido.

La presente invención se caracteriza por que comprende la etapa de dirigir esa parte de componente de aroma, que pasa a través como un gas sin ser condensado en la etapa de enfriamiento, a un recipiente que contiene líquido, donde el contacto gas-líquido se efectúa para recuperar esa parte de componente de aroma en el líquido. Había métodos de recuperación conocidos de un componente de aroma por destilación con vapor de agua, pero hasta ahora no se había informado de ninguna técnica para la recuperación simultánea exhaustiva, en un líquido de captura, de todo el vapor de agua, humedad y gas generados por destilación con vapor de agua.

El ingrediente biológico usado en la presente invención puede ser cualquier ingrediente independientemente del tipo -- puede ser un ingrediente vegetal o un ingrediente animal. Los ejemplos incluyen: frutas tales como ciruela, naranja, pomelo, limón, kiwi, manzana, melocotón, banana, uva, uva moscatel, fresa, cereza, mango, melón, sandía, fruta de la pasión, pera, cono de enebro, albaricoque, cassis, arándano rojo, arándano azul, frambuesa y acerola; raíces y cortezas tales como hoja de perilla y cerezo; cultivos de raíz; verduras; ingredientes tostados tales como especias y café; ingredientes vegetales en general; e ingredientes animales tales como pollo, res, cerdo y cordero. El estado de un ingrediente biológico no está limitado: por ejemplo, el ingrediente puede estar en un estado congelado, refrigerado o seco; y el contenido de humedad del ingrediente tampoco está limitado. En el caso de uso de ciruela, se prefiere una ciruela completamente madura debido a que un componente de aroma se puede recuperar de esa ciruela en un estado bien equilibrado muy similar al aroma favorable que se percibe cuando se huele la ciruela directamente; así, la presente invención se puede aplicar a todos los tipos de ingredientes que en sí tienen un aroma favorable.

El recipiente para contener un ingrediente biológico es comúnmente un alambique de destilación, y el volumen del recipiente se puede seleccionar según convenga dependiendo de la cantidad de ingrediente biológico que se va a usar. Por ejemplo, cuando el ingrediente biológico se usa en una cantidad de 500 g, es recomendable usar un alambique de destilación con un volumen de aproximadamente 1500 a 2500 ml. Cuanto más alto sea el porcentaje de llenado de un recipiente con un ingrediente biológico, menos residuo se generará en la recuperación de aroma. Además, cuando se reduce el porcentaje de llenado de un recipiente y aumenta la altura del recipiente para así añadir una función de fraccionamiento en múltiples etapas del rectificador, surte efecto un efecto de rectificación de manera que se pueda recuperar un aroma favorable de un ingrediente biológico más selectivamente mientras que se retiran adicionalmente los aromas no deseados.

Antes de la etapa de alimentar vapor de agua, el ingrediente biológico se sumerge por adelantado en un alcohol, un alcohol hidratado, o agua, y entonces se sopla vapor de agua para empezar la destilación. Se espera que cuando se realice la destilación en presencia de una pequeña cantidad de un disolvente polar tal como alcohol disminuya la polaridad de una solución formada por condensación de vapor de agua, aumentando así la eficiencia de recuperación de un componente de aroma de baja polaridad mediante destilación. Por tanto, se espera que cuando se realice la destilación en presencia de un disolvente de bajo punto de ebullición tal como alcohol, disminuya adicionalmente la temperatura dentro de un alambique de destilación, reduciéndose así la generación de olor de retorta no deseado. Los ejemplos del alcohol incluyen etanol, metanol y propanol. Los ejemplos del alcohol hidratado incluyen etanol hidratado, metanol hidratado y propanol hidratado, prefiriéndose 1-95 % de etanol hidratado, y siendo más preferido 10-60 % de etanol hidratado.

Se puede alimentar vapor de agua en un alambique de destilación usando un generador de vapor de agua. El vapor de agua se puede alimentar en cualquier parte del alambique de destilación, en tanto que el vapor de agua se pueda poner completamente en contacto con un ingrediente biológico, pero es preferible alimentar el vapor de agua al fondo del alambique de destilación.

La velocidad de alimentación de vapor de agua está preferentemente en el intervalo de aproximadamente 0,2 a 2,0 ml/min por 100 g de ingrediente biológico. No se puede recuperar selectivamente componente de aroma favorable, ni cuando la velocidad de alimentación de vapor de agua es demasiado rápida, ni cuando la velocidad es demasiado lenta. Si la velocidad de alimentación de vapor de agua es demasiado rápida, disminuye la eficiencia de contacto entre el vapor de agua y un ingrediente, que conduce a una reducción en el rendimiento de recuperación de aroma. A diferencia, si la velocidad de alimentación de vapor de agua es demasiado lenta, disminuye la velocidad a la que destila el destilado y así se prolonga el tiempo de destilación, tras lo cual aumenta el rendimiento de recuperación de aroma de un ingrediente biológico, pero al mismo tiempo el olor no deseado de la retorta se vuelve intenso. En vista de estos hechos, se puede ajustar la cantidad de alimentación de vapor de agua a un nivel apropiado dependiendo de las características de un ingrediente biológico.

En una realización del método inventivo, la recuperación se detiene en el momento en el que se mezclan 100 ml de un líquido para la recuperación de gas de aroma y 100 ml de un destilado. Sin embargo, se pueden cambiar los volúmenes de líquido y destilado a mezclar según convenga dependiendo de diversos factores que incluyen la preferencia por la calidad del aroma.

En la etapa de poner en contacto el vapor de agua con un ingrediente biológico, se desea ajustar la presión dentro de un recipiente a una presión igual o ligeramente inferior a una presión atmosférica; en particular, la presión interna está en el intervalo de 450 a 1013 hPa, preferentemente 600 a 1000 hPa, particularmente preferentemente 700 a 950 hPa. Ajustando la presión para que esté en dicho intervalo como se ha mencionado anteriormente, se puede recuperar eficientemente un componente de aroma favorable. A medida que se reduce la presión, se puede reducir el olor no deseado de la retorta, pero la temperatura de un alambique de destilación disminuye demasiado lentamente y así disminuye el rendimiento de extracción de un aroma favorable de un ingrediente biológico, dando eventualmente como resultado una disminución en el rendimiento de recuperación.

El vapor de agua transferido de un alambique de destilación a una etapa de enfriamiento incluso incluye vapor de agua generado calentando agua condensada de vapor de agua y un ingrediente biológico sumergido en el agua condensada por medio de vapor de agua soplado de un generador de vapor de agua.

Un fin de la etapa de enfriamiento es enfriar y licuar el vapor de agua generado después del contacto entre el vapor de agua soplado y un ingrediente biológico. Sin embargo, no se requiere necesariamente que licúe todo el vapor de agua; y parte del vapor de agua se puede transferir a una etapa de recuperación ya que queda un vapor o gas.

Como se ha descrito anteriormente, la etapa de recuperación se caracteriza por dirigir vapor de agua a un recipiente que contiene líquido para recuperar un componente deseado. Un líquido de captura es preferentemente agua, un alcohol, o un alcohol hidratado. El alcohol hidratado se puede ejemplificar por etanol hidratado, metanol hidratado y propanol hidratado, prefiriéndose 20-90 % de etanol hidratado, siendo más preferido 35-70 % de etanol hidratado, y siendo particularmente preferido 36-45 % de etanol hidratado.

Puesto que la recuperación de aroma se basa en el principio de la disolución de un gas en un líquido por contacto gas-líquido, es recomendable hacer que la temperatura de un líquido de recuperación sea tan baja como sea posible. Sin embargo, si incluso se recuperan aromas no deseados a una baja temperatura, también se puede hacer un ajuste, por ejemplo, aumentando deliberadamente la temperatura de un líquido de recuperación de manera que se recupere selectivamente un aroma deseado. Además, en la etapa de recuperación de aroma, como medidas para aumentar el área de contacto gas-líquido para potenciar la eficiencia de contacto gas-líquido, se pueden hacer diversas mejoras, tales como disminuir el tamaño de burbujas formadas por burbujeo, usando un conductor de contacto gas-líquido, o agitando una solución – se puede esperar que dichas mejoras potencien la eficiencia de recuperación de un componente de aroma.

En un líquido recuperado, un componente de aroma favorable se recupera eficiente y selectivamente, mientras que un componente no favorable está presente solo en cantidades traza. Por ejemplo, en el caso de uso de ciruela, se recupera en grandes cantidades un componente de aroma de fruta tal como éster etílico de ácido hexanoico, mientras que es demasiada baja la cantidad de furfural, un componente causante del olor de la retorta. En el caso de uso de una fruta de limón, se recupera en grandes cantidades un componente de fruta tal como limoneno, mientras que un aroma herbal no deseado está presente solo en cantidades traza. Según el método de recuperación de componentes de aroma de la presente invención, cuando, por ejemplo, se usa una fruta de ciruela como ingrediente, se puede obtener un líquido recuperado que comprende furfural y éster etílico de ácido hexanoico, en donde el líquido recuperado cumple el requisito de que la relación entre el valor de área de CG de furfural y el valor de área de CG de éster etílico de ácido hexanoico es inferior a 0,008 y no superior a 0,039 (se debe añadir que estos valores de área se calculan basándose en los resultados de análisis en las siguientes condiciones de EM: ajuste de cuadrupolo: 150 y ajuste de la fuente de iones: 230, y en las siguientes condiciones de cálculo del valor de área: modo de ión total, masa (BAJA): 35 y masa (ALTA): 550).

En los ejemplos de trabajo dados en la presente memoria descriptiva, no se usó un destilador equipado con un bastidor de red o una cesta que pudiera contener un ingrediente sólido. Sin embargo, puesto que la esencia técnica de la presente invención reside en una combinación de destilación con vapor de agua y una etapa de recuperación

de aroma, no está limitado el modo detallado de destilación con vapor de agua, y se puede usar un bastidor de red o una cesta dependiendo de la necesidad. Más específicamente, la combinación de una etapa de recuperación de aroma con un modo de destilación que implica indirectamente calentar un ingrediente, o desde fuera de un alambique de destilación como en el caso de la producción de whiskey, etc., o a través de una pared dentro de un

5 alambique de destilación, también es similarmente eficaz para combinar con un modo de destilación, como destilación con vapor de agua, que implica calentar directamente un ingrediente.

<Método de evaluación de aroma>

10 El aroma se puede analizar por evaluación sensorial. Por citar un ejemplo, se puede evaluar el aroma por una pluralidad de panelistas expertos cualificados según la siguiente escala de 7 puntos: 7 puntos para muy favorable, 6 puntos para favorable, 5 puntos para algo favorable, 4 puntos para ni favorable ni desfavorable, 3 puntos para algo desfavorable, 2 puntos para desfavorable, y 1 punto para muy desfavorable.

15 El líquido recuperado se puede analizar para sus componentes por cromatografía de gases. Por ejemplo, en el caso de uso de una ciruela como ingrediente de fruta, la cantidad de éster etílico de ácido hexanoico conocido como componente de aroma de fruta se cuantifica para usarlo como un índice de aroma. Además, la cantidad de furfural conocido como un componente negativo causante de olor de retorta se cuantifica para usarlo como un índice de aroma para la cantidad de un componente que da una clasificación negativa. En el caso de uso de un limón, la

20 cantidad de limoneno conocida como un componente de fruta se cuantifica para usarla como un índice de aroma.

<Método de producción de una bebida>

25 Puesto que el líquido obtenido por el método anteriormente descrito es rico en un componente de aroma favorable y es bajo en un componente desfavorable, se puede producir una bebida superior en aroma añadiendo el líquido a la bebida.

30 La bebida puede ser una bebida no alcohólica o una bebida alcohólica. Los ejemplos de la bebida incluyen bebida de zumo de frutas, leche de soja, bebida de leche, leche procesada, bebida de café, bebida de cacao, bebida de té, bebida carbonatada, bebida funcional, bebida isotónica, bebida nutricional, bebida de gelatina, cerveza, vino, *chuhai* (bebida basada en shochu), licor, sake, shochu, whiskey, brandy y sopa. La presente invención se puede usar para diversos fines tales como potenciar el aroma de no solo bebidas, sino también todos los tipos de alimentos como gelatina.

35 Como un alimento o bebida que comprende un componente de aroma recuperado de una fruta de ciruela por destilación con vapor de agua, se puede preparar un alimento o bebida que comprende furfural y éster etílico de ácido hexanoico, en donde el alimento o bebida cumple el requisito de que la relación entre el valor de área de GC de furfural y el valor de área de CG de éster etílico de ácido hexanoico sea no inferior a 0,008 y no superior a 0,039 (se debe añadir que estos valores de área se calculan basándose en los resultados de análisis en las siguientes

40 condiciones de EM: ajuste de cuadrupolo: 150 y ajuste de la fuente de iones: 230, y en las siguientes condiciones de cálculo de valor de área: modo de ión total, masa (BAJA): 35 y masa (ALTA): 550).

<Aparato de recuperación de un componente de aroma>

45 La presente invención también se refiere a un aparato que se puede usar en el método inventivo. El aparato inventivo es un aparato de recuperación de un componente de aroma de un ingrediente biológico, comprendiendo el aparato: un recipiente para contener el ingrediente biológico, en donde parte o todo del ingrediente biológico se ha sumergido en un alcohol o un alcohol hidratado y en donde la presión dentro del recipiente está en el intervalo de desde 450 hasta 1013 hPa; un generador de vapor de agua para generar el vapor de agua a alimentar al recipiente;

50 una sección de enfriamiento para enfriar el vapor de agua que pasa a través del recipiente para contener el ingrediente biológico, o vapor de agua generado en el recipiente; y un recipiente de recuperación en el que un gas que contiene componente de aroma que pasa a través sin ser condensado en la sección de enfriamiento se puede someter a contacto gas-líquido para recuperar el componente de aroma en un líquido.

55 El recipiente para contener un ingrediente biológico es un recipiente que tiene un volumen suficiente para contener una cantidad especificada del ingrediente biológico y capaz de aguantar presión reducida. Puesto que el método inventivo implica la destilación con vapor de agua, el aparato inventivo tiene un generador de vapor de agua. El vapor de agua generado en el generador de vapor de agua se alimenta a un recipiente de vapor de agua. El aparato inventivo tiene además una sección de enfriamiento para enfriar el vapor de agua procedente del recipiente. En la

60 sección de enfriamiento, se enfrían y licúan el vapor de agua que pasa a través de la sección cargado con un ingrediente biológico, o vapor de agua generado calentando el ingrediente biológico y agua condensada. Sin embargo, no se requiere necesariamente que licúe todo el vapor de agua; y parte del vapor de agua se puede transferir a un recipiente de recuperación ya que queda un vapor o gas.

65 El recipiente de recuperación se carga con un líquido de captura. El líquido de captura es preferentemente agua, un alcohol, o un alcohol hidratado. El alcohol hidratado se puede ejemplificar por etanol hidratado, metanol hidratado y

propanol hidratado, prefiriéndose 20-90 % de etanol hidratado, y siendo más preferido 35-45 % de etanol hidratado. En un líquido recuperado, se recupera eficientemente y selectivamente un componente de aroma favorable, mientras que un componente desfavorable solo está presente en cantidades traza.

5 Ejemplos

A continuación, la presente invención se describirá más específicamente a modo de ejemplos de trabajo. Sin embargo, la presente invención no se limita a estos ejemplos.

10 <Ejemplos>

Después de establecerse las condiciones para la temperatura del refrigerador y un generador de vapor de agua, se cargó un alambique de destilación que tenía un volumen de alambique eficaz de 2000 ml con 500 g de una fruta (congelada) (ciruela Nanko completamente madurada) para las muestras N° 1 a 11, o con 500 g de una fruta (congelada) (cáscaras de limón) para las muestras N° 12 y 13, y también se cargó un recipiente de destilado con bebidas espirituosas de recuperación de aroma.

A partir de aquí, todo el sistema que incluye el alambique de destilación y el recipiente de destilado se convirtió en un estado de presión reducida. Entonces, tuvo lugar el contacto gas-líquido (burbujeo) sobre parte del recipiente de destilado para empezar la recuperación de aroma contenido en un gas. Después de establecerse el grado de presión reducida en cada uno de los niveles especificados en las condiciones mencionadas a continuación, se alimentó vapor de agua a cada una de las velocidades especificadas en dichas condiciones (se refiere a la Fig. 1). Hasta que la temperatura dentro del alambique de destilación alcanzó un nivel igual al del vapor de agua, no se produjo destilado, y un gas que contiene aroma pasó a través de una etapa de enfriamiento sin ser condensado y se transfirió a etanol hidratado o agua situada en el recipiente de destilado, donde se efectuó el contacto gas-líquido para recuperar un componente de aroma. A partir de aquí, se produjo un destilado cuando la temperatura del alambique de destilación alcanzó un nivel igual al del vapor de agua. En el momento en el que se produjeron 100 ml de destilado, se detuvo la destilación, y entonces se obtuvo una solución en la que 100 ml del destilado se mezclaron con 100 ml de etanol hidratado o agua dispuestos por adelantado (se refiere a la Fig. 2). Dichas soluciones mezcladas se usaron cada una como muestras y se someten a evaluación sensorial y análisis de componentes de aroma. En cuanto a la muestra N° 1 que se obtuvo sin una etapa de recuperación de aroma, se diluyeron 100 ml de un destilado con 100 ml de etanol hidratado con un contenido de alcohol de 40 grados, y se comparó la dilución resultante con cada una de las muestras N° 2 a 11 por evaluación sensorial y análisis de componentes de aroma. En cuanto a la muestra N° 12, se diluyó un destilado con 100 ml de agua y se comparó la dilución resultante con la muestra N° 13.

Se llevó a cabo el procedimiento anteriormente descrito para cada una de las muestras N° 1 a 13 en las condiciones para la presión interna del recipiente, velocidad de alimentación de vapor de agua, y la concentración de alcohol de etanol hidratado para la recuperación que se muestran en la Tabla 1. Las muestras N° 1 y 12 son muestras obtenidas en el sistema en el que no tuvo lugar burbujeo por alimentación de un gas en un líquido con el fin de recuperación de aroma. En cuanto a la muestra N° 11, la destilación empezó después de que una solución acuosa al 30 % de etanol se hubiera añadido al recipiente por adelantado para sumergir la fruta en esta solución.

[Condiciones de destilación]

Ajuste de presión interna del recipiente: 1,013 (es decir, presión normal), 900, 600, 300 o 0 hPa
 Velocidad de alimentación de vapor de agua: 0,2, 0,5 o 2,0 ml/min (por 100 g de fruta)
 Temperatura del refrigerador: 10 °C
 Cantidad recuperada de destilado: 100 ml

[Disolución para la recuperación de aroma por contacto gas-líquido]

Bebidas espirituosas (neutras)
 Cantidad cargada: 100 ml
 Contenido de alcohol: 36, 40 o 45 grados

[Condiciones de evaluación sensorial]

Las muestras obtenidas se sometieron a evaluación sensorial por expertos panelistas.

La evaluación se realizó por un sistema de clasificación de puntos según los siguientes criterios.

7 puntos:	Muy favorable
6 puntos:	Favorable
5 puntos:	Algo favorable
4 puntos:	Ni favorable ni desfavorable

ES 2 753 421 T3

3 puntos:	Algo desfavorable
2 puntos:	Desfavorable
1 punto:	Muy desfavorable

[Condiciones de análisis de componentes de aroma]

- 5 - Analizador:
Sistema de cromatografía de gases (Agilent GC-MSD)
- Condición de temperatura del horno de CG:
- 10 40 °C (durante 5 min), aumentó a 6 °C/min hasta 240°C
- Condiciones de EM:
- 15 Ajuste de cuadrupolo: 150, ajuste de fuente de iones: 230
Condiciones de cálculo del valor de área:
Modo de ión total, masa (BAJA): 35, y masa (ALTA): 550
- Columna:
- 20 DB-WAXETR, 60 m × 320 µm de DI × 0,25 µm de espesor de película
- Condición de pretratamiento de muestras:
- 25 Se mezclaron 80 µl de una muestra y 20 µl de un material patrón interno (solución acuosa de alcohol de 20 ppm de éster metílico de ácido decanoico) en un vial de tapa roscada de 20 ml.
- Condiciones dinámicas del espacio de cabeza:
- 30 Sistema: GERSTEL MPS
Adsorbente: TENAX
Temperatura de gasificación de la muestra: 80 °C
Cantidad de alimentación de gas de gasificación de muestras: 3000 ml
Velocidad de alimentación de gas de gasificación de muestras: 100 ml/min
Tipo de gas de gasificación de muestras: Nitrógeno
- 35 - Tiempo de retención del pico:
- Los componentes de aroma de fruta y olor de retorta se identificaron por análisis de EM.
- 40 [Tabla 1]

	Ej. comp. 1	Ej. 1*	Ej. 2*	Ej. 3*	Ej. 4*	Ej. 5*	Ej. comp. 2	Ej. comp. 3	Ej. 6*	Ej. 7*	Ej. 8	Ej. comp. 4	Ej. 9*
	Muestra Nº 1	Muestra Nº 2	Muestra Nº 3	Muestra Nº 4	Muestra Nº 5	Muestra Nº 6	Muestra Nº 7	Muestra Nº 8	Muestra Nº 9	Muestra Nº 10	Muestra Nº 11	Muestra Nº 12	Muestra Nº 13
Tipo de fruta													
Destilación soplando corriente de vapor													
Velocidad de alimentación de vapor de agua	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí
Cantidad de alcohol al 30 % para inmersión antes de la alimentación de vapor de agua	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,2	2,0	0,5	0,5	0,5
Recuperación de componente de aroma por contacto gas-líquido	No	Sí	Sí	No	Sí								
Contenido de alcohol de etanol hidratado para la recuperación de aroma (%)	-	35	40	45	45	45	45	45	45	45	45	-	0
Presión interna del recipiente (hPa)	1013	1013	1013	1013	900	600	300	0	900	900	900	1013	900
Clasificación sensorial (puntos)	Muy favorable: 7												
	Favorable: 6												
	Algo favorable: 5	4	6	6	6	5	4	2	6	5	7	4	7
	Ni favorable ni desfavorable: 4												
	Algo desfavorable: 3												
Desfavorable: 2													
Muy desfavorable: 1													
Tipo													
Aroma de fruta	Éster etílico de ácido hexanoico												
	Relación de área de CG (frente a I.S.)	0,0430	0,0454	0,0478	0,0523	0,0563	0,0471	0,0449	0,0002	0,0654	0,0455	0,0543	0,3679
Tipo													
Olor de retorta	Furfural												
Relación entre el olor de retorta y el aroma de fruta	0,0018	0,0018	0,0017	0,0016	0,0016	0,0004	0,0003	0,0003	0,0025	0,0010	0,0005	0,0009	0,0009
*Ejemplo de referencia	0,041	0,039	0,036	0,030	0,028	0,008	0,006	1,400	0,039	0,022	0,006	0,0023	0,0018

5 Evaluando exhaustivamente los resultados de la evaluación sensorial y el análisis de componentes de aroma, se le dio una clasificación baja a la muestra N° 1 obtenida en el sistema que no incluyó una etapa adicional de dirigir esa parte de componente de aroma, que pasó a través como un gas sin ser condensado en la etapa de enfriamiento, al recipiente que contiene líquido, donde se efectúa el contacto gas-líquido para recuperar esa parte de componente de aroma en el líquido. A diferencia, se dio una alta clasificación a las muestras obtenidas en el sistema que incluyeron la etapa adicional de efectuar el contacto gas-líquido para recuperar el componente de aroma en el líquido.

10 Por tanto, en lo que respecta a la concentración de un alcohol de recuperación, se obtuvo una clasificación más satisfactoria a una concentración de 40-45 % que a una concentración de 36 %.

10 Con respecto a la presión interna del recipiente en la etapa de contacto de vapor de agua-fruta, se obtuvo una mejor clasificación en los sistemas que tenían una presión interna igual a o ligeramente más baja que una presión atmosférica.

15 Además, con respecto a la velocidad de alimentación de vapor de agua, se obtuvo una clasificación excelente a una velocidad de desde 0,2 hasta 2,0 ml/min, particularmente 0,5 ml/min, por 100 g de fruta.

20 La muestra obtenida mediante el vapor de agua de alimentación sobre una fruta que se había sumergido por adelantado en una solución acuosa al 30 % de etanol se clasificó con 7 puntos, que es excelente junto con otras muestras clasificadas de 7 puntos.

Se observaron resultados similares para las muestras N° 12 y 13 que se obtuvieron usando una fruta de limón en lugar de una fruta de ciruela.

25 **Aplicabilidad industrial**

30 Usando el método de la presente invención, se pueden recuperar selectivamente aromas favorables de ingredientes biológicos. Además, los aromas favorables de ingredientes biológicos se pueden conferir a diversas bebidas que incluyen bebidas alcohólicas, y similares, añadiendo líquidos recuperados obtenidos por el método inventivo a las bebidas y similares.

REIVINDICACIONES

1. Un método de recuperación de un componente de aroma de un ingrediente biológico, comprendiendo el método las etapas de:
 - 5 alimentar vapor de agua a un recipiente que contiene el ingrediente biológico para poner en contacto el vapor de agua con el ingrediente biológico;
 - enfriar el vapor de agua procedente del recipiente que contiene el ingrediente biológico; y
 - 10 dirigir el vapor de agua enfriado y un líquido generado por enfriamiento a un recipiente que contiene líquido para recuperar el componente de aroma,
 - y que comprende además, antes de la etapa de alimentar el vapor de agua al recipiente que contiene el ingrediente biológico, la etapa de sumergir parte o todo el ingrediente biológico en un alcohol o un alcohol hidratado,
 - 15 en donde la presión dentro del recipiente está en el intervalo de desde 450 hasta 1013 hPa.
2. Un método de producción de una bebida que tiene un aroma de un ingrediente biológico, comprendiendo el método las etapas de:
 - 20 alimentar vapor de agua a un recipiente que contiene el ingrediente biológico para poner en contacto el vapor de agua con el ingrediente biológico;
 - enfriar el vapor de agua procedente de una sección cargada con el ingrediente biológico;
 - dirigir el vapor de agua enfriado y un líquido generado por enfriamiento a un recipiente que contiene líquido para recuperar el componente de aroma; y
 - 25 añadir el líquido que contiene componente de aroma obtenido a una bebida,
 - y que comprende además, antes de la etapa de alimentar el vapor de agua al recipiente que contiene el ingrediente biológico, la etapa de sumergir parte o todo el ingrediente biológico en un alcohol o un alcohol hidratado,
 - en donde la presión dentro del recipiente está en el intervalo de desde 450 hasta 1013 hPa.
- 30 3. El método según la reivindicación 1 o 2, que comprende además, antes de la etapa de alimentar el vapor de agua al recipiente, la etapa de sumergir parte o toda de la superficie del ingrediente biológico en un alcohol, un alcohol hidratado, o agua.
4. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde en la etapa de poner en contacto el vapor de agua con el ingrediente biológico dentro del recipiente, parte o toda la superficie del ingrediente biológico se sumerge por agua condensada del vapor de agua alimentado.
5. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el vapor de agua se alimenta al fondo del recipiente que contiene el ingrediente biológico.
- 40 6. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde el vapor de agua se alimenta a una velocidad de desde 0,2 hasta 2,0 ml/min por 100 g de ingrediente biológico.
7. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde el líquido usado en la etapa de recuperación de componente de aroma es un alcohol, un alcohol hidratado, o agua.
- 45 8. El método según la reivindicación 7, en donde en la etapa de recuperación de componente de aroma, el componente de aroma se recupera por contacto gas-líquido.
- 50 9. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde el ingrediente biológico es una fruta.
10. El método según la reivindicación 9, en donde la fruta es una fruta de ciruela o una fruta de limón.
11. Un aparato de recuperación de un componente de aroma de un ingrediente biológico, comprendiendo el aparato:
 - 55 un recipiente para contener el ingrediente biológico, en donde parte o todo el ingrediente biológico se ha sumergido en un alcohol o un alcohol hidratado, y
 - en donde la presión dentro del recipiente está en el intervalo de desde 450 hasta 1013 hPa;
 - un generador de vapor de agua para generar el vapor de agua a alimentar al recipiente;
 - 60 una sección de enfriamiento para enfriar el vapor de agua procedente del recipiente para contener el ingrediente biológico; y
 - un recipiente de recuperación en el que un gas que contiene componente de aroma que pasa a través sin ser condensado en la sección de enfriamiento se puede someter a contacto gas-líquido para recuperar el componente de aroma en un líquido.
 - 65
12. Un alimento o bebida que comprende un componente de aroma recuperado de un ingrediente biológico usando

destilación con vapor de agua, en donde el alimento o bebida cumple el requisito de que la relación entre el valor de área de CG de furfural y el valor de área de CG de éster etílico de ácido hexanoico no es inferior a 0,008 y no es superior a 0,039, y en donde el ingrediente biológico es una fruta de ciruela o una fruta de limón.

- 5 13. Un líquido recuperado obtenido por el método según la reivindicación 10, comprendiendo el líquido recuperado furfural y éster etílico de ácido hexanoico, en donde el líquido recuperado cumple el requisito de que la relación entre el valor de área de CG de furfural y el valor de área de CG de éster etílico de ácido hexanoico no es inferior a 0,008 y no es superior a 0,039.

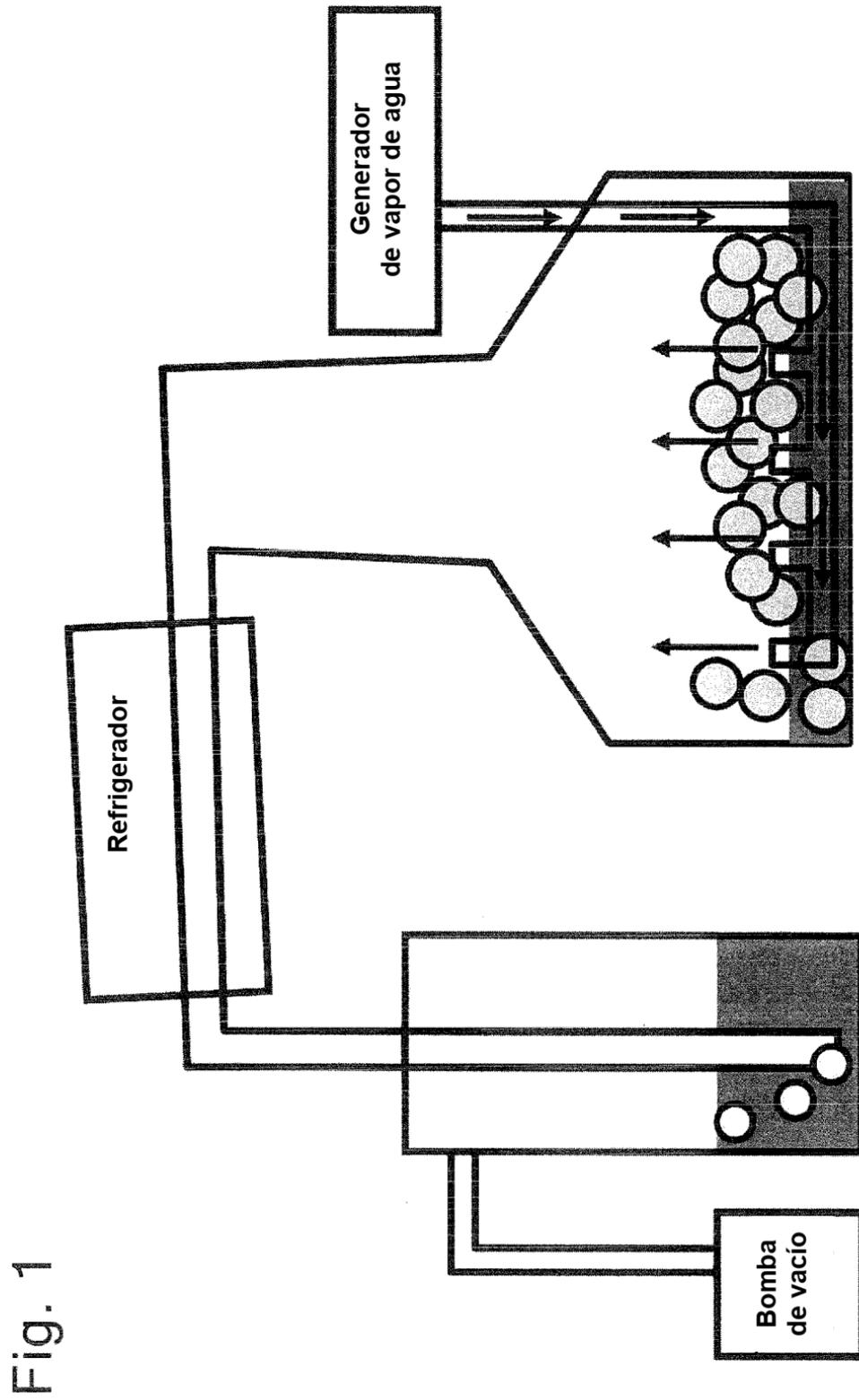


Fig. 1

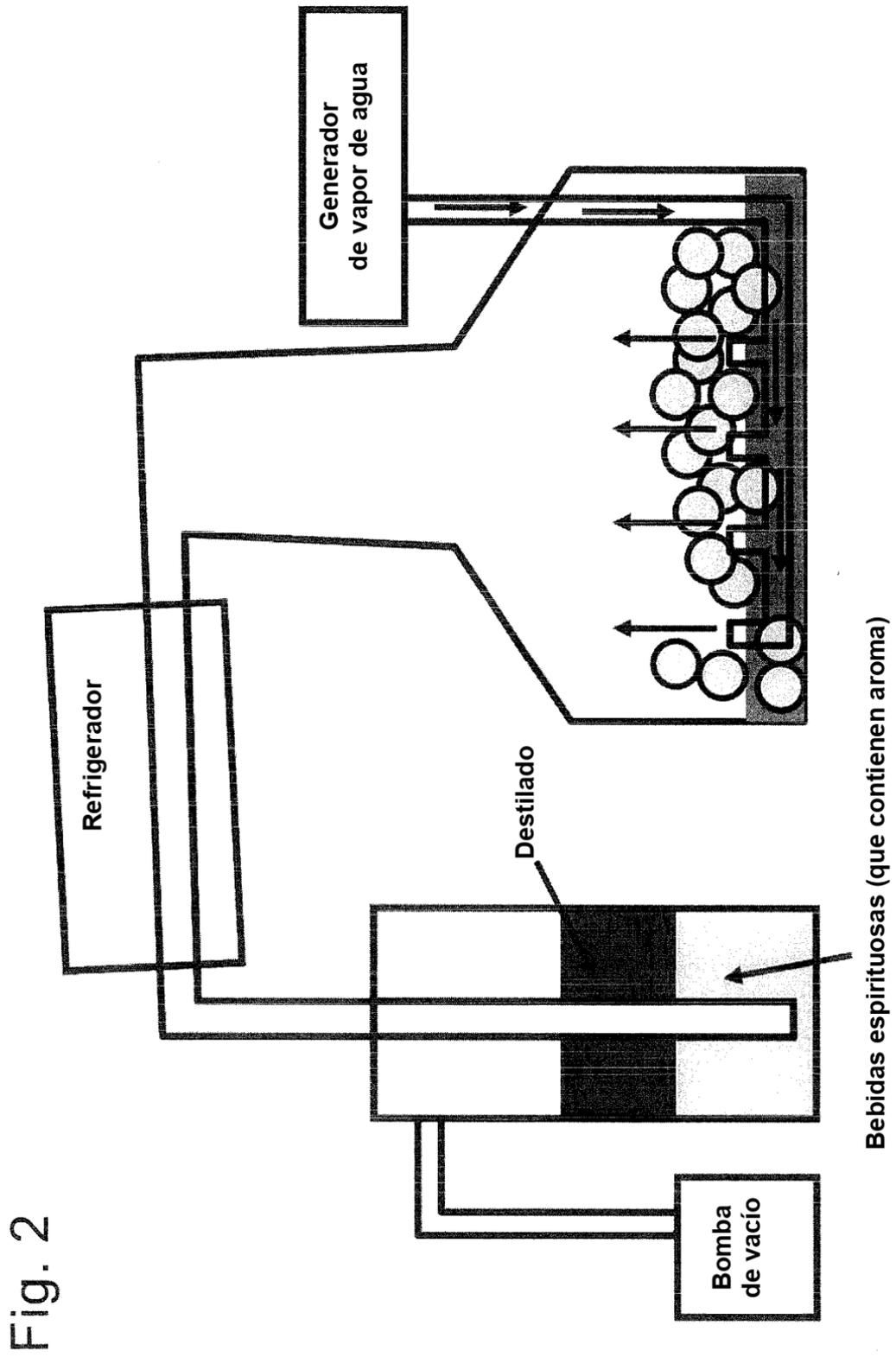


Fig. 2