

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 776 385**

51 Int. Cl.:

A23D 7/005 (2006.01)
A23L 2/06 (2006.01)
A23L 2/52 (2006.01)
A23L 2/385 (2006.01)
A23L 2/56 (2006.01)
A23D 7/01 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.11.2015 PCT/US2015/060596**
 87 Fecha y número de publicación internacional: **19.05.2016 WO16077705**
 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.11.2015 E 15798651 (4)**
 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.02.2020 EP 3217803**

54 Título: **Bebida transparente que comprende una emulsión Ac/Ag**

30 Prioridad:

13.11.2014 EP 14192941

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
30.07.2020

73 Titular/es:

**CARGILL, INCORPORATED (100.0%)
 15407 McGinty Road West Mail Stop 24
 Wayzata, MN 55391, US**

72 Inventor/es:

**BOKKELEN, REGINALD y
 VAN BENEDEN, WOUTER M.G.M**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 776 385 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

Bebida transparente que comprende una emulsión Ac/Ag

5 Campo de la invención

La invención se refiere a emulsiones para su uso en la producción de bebidas transparentes. En particular, la invención se refiere a emulsiones que comprenden almidón de n-OSA para su uso en la producción de bebidas transparentes con sabor a cítricos.

10

Antecedentes

Las bebidas con sabor a menudo se producen a partir de una emulsión de bebida, que luego se diluye. Las emulsiones de bebidas son generalmente emulsiones de aceite en agua que contienen ingredientes solubles en aceite que confieren sabor, color u otras cualidades a la emulsión. Una bebida diluida, lista para beber, típicamente contiene una pequeña cantidad de emulsión de bebida dispersada en agua, junto con una serie de otros ingredientes, tales como edulcorantes, reguladores de acidez y conservantes.

15

Los aceites esenciales se encuentran entre los agentes aromatizantes más utilizados en la industria de las bebidas, siendo los aceites cítricos particularmente populares. Las bebidas aromatizadas con aceites cítricos pueden tener un aspecto turbio o transparente.

20

La turbiedad se debe principalmente a la presencia de compuestos insolubles en agua, incluyendo, pero sin limitación, terpenos, en aceites esenciales tales como aceites cítricos. Este aspecto puede verse favorecido, por ejemplo, para dar la impresión de que la bebida es rica en zumos. Sin embargo, también hay una gran demanda, por ejemplo, de bebidas transparentes con sabor a cítricos, que atraen más a los consumidores.

25

Tradicionalmente, se han preparado bebidas transparentes con sabor a cítricos eliminando los terpenos de los aceites cítricos "lavando" el aceite con un disolvente (también conocido como desterpenación). Un disolvente ampliamente utilizado para la desterpenación es el alcohol etílico (J.Owusu-Yaw et. al, Journal of Food Science vol. 51, n.º 5, 1986). La técnica implica añadir una mezcla de alcohol etílico y agua al aceite cítrico para extraer los componentes solubles en agua y dejar atrás los terpenos insolubles en agua. Los componentes solubles en agua se pueden usar entonces para elaborar una bebida transparente con sabor a cítricos. Un inconveniente importante de este proceso es que proporciona un producto que no es Halal. El propilenglicol es un disolvente Halal alternativo (documento US 6.458.408 B1).

30

35

El lavado de aceites cítricos puede tener, sin embargo, varias desventajas, en particular el alto coste del proceso. Tanto el alcohol etílico como el propilenglicol son materiales caros. Adicionalmente, el proceso lleva mucho tiempo, generalmente requiere un mínimo de 48 horas para completarse, lo que a su vez puede tener un impacto negativo sobre los gastos corrientes y el rendimiento. También, es habitual la variación de un lote a otro, haciendo que el proceso sea poco fiable. El lavado también puede tener un efecto sobre la calidad del producto final. Algunas notas de sabor deseables del aceite cítrico pueden perderse durante este proceso. Habitualmente, las bebidas preparadas con aceites sin terpenos tienden a tener un sabor "plano".

40

Se han desarrollado otras formas de elaborar bebidas transparentes con sabor a cítricos. Una técnica es formular los aceites cítricos en una microemulsión. Sin embargo, preparar microemulsiones generalmente requiere altas concentraciones de tensioactivos y disolventes para estabilizar la emulsión. Grandes cantidades de tales ingredientes son indeseables debido a restricciones regulatorias. Es más, generalmente se requiere una gran cantidad de energía mecánica para elaborar tales microemulsiones, ya que la proporción de aceite a emulsionante no es óptima.

45

50

El documento WO2008/039564 A1 divulga un proceso para solubilizar aceites aromatizantes para producir bebidas transparentes. Tesch et al., Journal of Food Engineering 54 (2002) 167-174; documento JP 2009-240219; y Dokic et al. Food Hydrocolloids 29 (2012) 185-192 divulgan emulsiones para bebidas a base de aceite vegetal y almidón de nOSA.

55

Una consideración clave para las emulsiones de bebidas es la estabilidad de la emulsión. Es deseable que las fases constituyentes de la emulsión permanezcan adecuadamente mezcladas, al menos durante la vida útil del producto. Por otra parte, el sabor y el atractivo de la bebida pueden verse afectados.

60

Sigue existiendo una necesidad insatisfecha de una alternativa de bajo coste al lavado para producir emulsiones de bebidas estables para bebidas con sabor a cítricos de mayor transparencia (baja turbidez) sin necesidad de tensioactivos y disolventes indeseables.

65

Sumario de la invención

La presente invención, que busca abordar los problemas identificados anteriormente, proporciona una bebida transparente que comprende una emulsión de aceite en agua. El aceite es un aceite esencial y la emulsión comprende un exceso de emulsionante de almidón de n-alquenil succinato a dicho aceite esencial. El almidón de n-alquenil succinato es almidón de anhídrido n-octenil succínico (nOSA). La emulsión también se denomina a lo largo de la presente divulgación como la emulsión de bebida.

La emulsión comprende almidón de nOSA y aceite cítrico en una proporción de entre 1,2:1 y 8:1, preferentemente entre 2:1 y 8:1, o entre 2,5:1 y 8:1, o entre 2,5:1 y 6:1, o entre 2,5:1 y 5:1, o entre 4:1 y 6:1 (% en peso).

El aceite esencial en la emulsión comprende aceite cítrico, preferentemente el aceite esencial consiste en aceite cítrico. El aceite cítrico puede seleccionarse de aceite de limón, aceite de lima, aceite de naranja, aceite de pomelo o aceite de tangerina, o cualquier combinación de dos o más de estos.

En algunas realizaciones, el emulsionante de almidón de nOSA en la emulsión tiene un grado de sustitución del 3 % o menos, excluyendo 0 %, preferentemente entre 2,5 y 3 %, más preferentemente entre 2,5 y menos del 3 %.

En ciertas realizaciones, la emulsión contiene un único compuesto que tiene propiedades emulsionantes, siendo dicho compuesto un almidón de nOSA.

La invención también proporciona un proceso para fabricar una emulsión de aceite en agua para usar en la elaboración de una bebida transparente, que comprende las etapas de:

- a) Preparar una preemulsión que tiene una fase oleosa y una fase acuosa, comprendiendo la preemulsión un emulsionante de almidón de n-alquenil succinato y un aceite esencial, en donde dicho emulsionante de almidón de n-alquenil succinato está en una cantidad en exceso en comparación con la cantidad de aceite esencial; y
- b) Homogeneizar la preemulsión para obtener dicha emulsión de aceite en agua.

El almidón de n-alquenil succinato en la preemulsión es almidón de anhídrido n-octenil succínico (nOSA). La proporción de almidón de nOSA a aceite esencial en la preemulsión está entre 1,2:1 y 8:1, o entre 2:1 y 8:1, o entre 2,5:1 y 8:1, o entre 2,5:1 y 6:1, o entre 2,5:1 y 5:1, o entre 4:1 y 6:1 (% en peso).

El aceite esencial en la preemulsión comprende o consiste en aceite cítrico. El aceite cítrico puede seleccionarse de aceite de limón, aceite de lima, aceite de naranja, aceite de pomelo, aceite de tangerina, o cualquier combinación de dos o más de estos.

En algunas realizaciones, la homogeneización se lleva a cabo con una presión de homogeneización de entre 100 bar y 1500 bar, preferentemente entre 100 y 500 bar, más preferentemente aproximadamente 300 bar. Preferentemente, la presión de homogeneización puede aplicarse entre 1 y 3 pasadas. En una realización preferente, la homogeneización se lleva a cabo preferentemente en una pasada con un microfluidizador a una presión superior a 500 bar, más preferentemente superior a 750 bar.

En ciertas realizaciones, el almidón de nOSA en la preemulsión tiene un grado de sustitución del 3 % o menos, preferentemente entre 2,5 y 3 %.

El emulsionante de almidón de nOSA puede formar parte de la fase acuosa de la preemulsión o de la fase oleosa de la preemulsión.

En algunas realizaciones, la preemulsión no comprende ningún emulsionante adicional, es decir, solo se usa el almidón de nOSA como emulsionante.

El proceso puede comprender, además, secar la emulsión para obtener un polvo.

La invención también proporciona un polvo que comprende almidón de nOSA y un aceite esencial, en donde el almidón de nOSA está en exceso del aceite esencial, en donde el aceite esencial comprende aceite cítrico. Es importante tomar medidas, por ejemplo, un envasado cuidadoso, para asegurar que el aceite esencial no se evapore del polvo.

La invención también proporciona un proceso para fabricar una bebida transparente. El proceso comprende la etapa de diluir la emulsión mencionada anteriormente o hidratar el polvo. En algunas realizaciones, la emulsión diluida o el polvo hidratado pueden almacenarse durante un periodo de cuarentena de al menos 5 días, más preferentemente durante al menos 10 días, lo más preferentemente durante al menos 15 días. La invención también proporciona una bebida transparente obtenible diluyendo la emulsión o hidratando el polvo y almacenando la emulsión diluida o el polvo hidratado durante al menos 5 días, más preferentemente durante al menos 10 días, lo más preferentemente durante al menos 15 días.

La invención proporciona además una bebida transparente que comprende una emulsión de aceite en agua, en

donde el aceite es un aceite esencial y en donde la emulsión comprende un exceso de emulsionante de almidón de n-alquenil succinato a aceite esencial. El almidón de n-alquenil succinato es almidón de anhídrido n-octenil succínico (nOSA). El almidón de nOSA y el aceite están en una proporción de entre 1,2:1 y 8:1, preferentemente entre 2:1 y 8:1, o entre 2,5:1 y 8:1, o entre 2,5:1 y 6:1, o entre 2,5:1 y 5:1, o entre 4:1 y 6:1 (% en peso).

5 El aceite contenido en la bebida transparente comprende o consiste en aceite cítrico. El aceite cítrico puede seleccionarse de aceite de limón, aceite de lima, aceite de naranja, aceite de pomelo o aceite de tangerina, o cualquier combinación de dos o más de estos.

10 En ciertas realizaciones, el emulsionante de almidón de nOSA en la bebida transparente de la invención tiene un grado de sustitución del 3 % o menos, excluyendo 0 %, preferentemente entre 2,5 y 3 %, más preferentemente entre 2,5 y menos del 3 %.

15 En algunas realizaciones, la bebida transparente de la invención contiene un único compuesto que tiene propiedades emulsionantes, siendo dicho compuesto un almidón de nOSA.

20 La bebida transparente tiene una turbidez de menos de 5 NTU, preferentemente menos de 2 NTU. En algunas realizaciones, la bebida transparente tiene un índice de estabilidad entre 0,95 y 1. En algunas realizaciones, la bebida transparente tiene una tensión superficial de entre 0,03 N/m (30 dinas/cm) y 0,07 N/m (70 dinas/cm).

Breve descripción de las figuras

Se describirán realizaciones específicas y no limitantes de la invención, en todos sus aspectos, con referencia a los dibujos adjuntos, en los que:

25 FIG. 1. Gráfico de superficie de respuesta de la estabilidad de una emulsión de bebida.

FIG. 2. Gráfico de contorno de la estabilidad de una emulsión de bebida.

30 FIG. 3. Gráfico de superficie de respuesta de la turbidez de una bebida.

FIG. 4. Gráfico de contorno de la turbidez de una bebida.

35 FIG. 5. Gráfico de superficie de respuesta de la tensión superficial de una bebida.

FIG. 6. Gráfico de contorno de la tensión superficial de una bebida.

FIG. 7. Gráficos de contorno superpuestos de turbidez, estabilidad y tensión superficial para la emulsión de bebida.

40 Descripción detallada

Términos y abreviaturas

45 Se proporcionan explicaciones de las abreviaturas y términos utilizados en esta divulgación para ayudar a comprender y realizar de forma práctica la invención.

50 Cuando se usa en esta memoria descriptiva y en las reivindicaciones, los términos "comprende" y "comprendiendo" y sus variaciones significan que las características, etapas o enteros especificados están incluidos. Los términos no deben interpretarse como que excluyen la presencia de otras características, etapas o componentes.

Bebida: Un refresco. La mayoría de las bebidas fabricadas son mezclas producidas elaborando en primer lugar una emulsión de bebida, y diluyendo después la emulsión para elaborar una bebida lista para tomar. Una emulsión de bebida es una emulsión concentrada que comprende ingredientes que confieren ciertas propiedades a la bebida final, tales como sabor, color y sensación en la boca. Las emulsiones de bebidas son generalmente emulsiones de aceite en agua que comprenden una concentración de aceite de entre 0,7 % y 50 %. Preferentemente, las emulsiones de bebidas de acuerdo con la invención tienen una concentración de aceite esencial de entre 0,75 % y 40 %, más preferentemente entre 1 % y 35 %, incluso más preferentemente entre 1,5 % y 25 %, lo más preferentemente entre 2 % y 20 %. Por el contrario, la bebida final tendrá una concentración de aceite esencial de entre 0,001 % a menos de 0,7 %. Preferentemente, la bebida transparente de acuerdo con la presente invención tiene una concentración de aceite esencial de entre 0,002 % y 0,50 %, más preferentemente entre 0,004 % y 0,10 %, lo más preferentemente entre 0,005 % y 0,020 %. Los porcentajes anteriores se calculan con referencia al peso total de la emulsión de bebida o bebida transparente, respectivamente.

65 Aceites esenciales: son aceites que contienen compuestos aromáticos volátiles de plantas. Los aceites esenciales también se conocen como aceites volátiles, aceites etéreos o aetherolea. Los aceites esenciales contienen terpenos, que son componentes hidrocarbonados insolubles en agua que son los principales responsables del aspecto turbio

de tales aceites. La fórmula general para los terpenos es $(C_5H_8)_n$. Los terpenos pueden ser hemiterpenos, es decir, contienen una única unidad isopreno (C_5H_8); monoterpenos, es decir, contienen dos unidades isopreno: pero también politerpenos que tienen más de dos unidades isopreno. Preferentemente, los aceites esenciales son aceites esenciales naturales, es decir, aceites que pueden extraerse de las plantas enumeradas anteriormente y variaciones de las mismas. Se pueden usar también aceites esenciales sintéticos, es decir, aceites esenciales fabricados en laboratorio.

Aceites cítricos: Aceites esenciales extraídos de cítricos, por ejemplo, de la corteza de los cítricos. Las frutas cítricas incluyen limones, limas, naranjas, tangerinas, mandarinas, bergamotas y pomelos.

Transparencia: Una descripción de la transparencia de una sustancia, evaluada a simple vista, es decir, ópticamente. Un líquido que parece transparente lo hace porque dispersa poca o ninguna luz visible. La transparencia está relacionada con la turbidez (véase más abajo). Por ejemplo, el agua aparece visualmente transparente si tiene una turbidez de menos de 5 NTU.

Grado de sustitución (GS): El número promedio de grupos sustituyentes unidos por unidad base de un polímero. En el caso del almidón de nOSA, el GS se refiere al número promedio de grupos hidroxilo en el almidón que están sustituidos con un grupo anhídrido n-octenil succínico, para una cantidad dada de almidón. Por ejemplo, el grado de sustitución puede estar entre 0,1 % y 3 %, lo que significa que entre 0,3 % y 3 % de los grupos hidroxilo en el almidón están sustituidos con un grupo anhídrido n-octenil succínico.

Desterpenación ("lavado"): Método de eliminación de terpenos de aceites esenciales, por ejemplo, por extracción con disolvente. Los disolventes usados comúnmente son alcohol etílico y propilenglicol.

Aceites comestibles: Aceites aptos para el consumo humano. Los aceites comestibles se usan ampliamente en la industria de alimentos y bebidas para añadir sabor, color o ingredientes solubles en aceite, tales como nutracéuticos, a los productos.

Emulsionantes: Sustancias anfífilas que estabilizan la interfaz entre las fases de una emulsión reduciendo la tensión interfacial. Son ejemplos de emulsionantes de calidad alimentaria lecitina, palmitato de ascorbilo, polisorbato.

Emulsiones: Mezclas que contienen dos líquidos inmiscibles, en las que un líquido se dispersa en forma de gotas o glóbulos por todo el otro. El líquido dispersado se llama fase dispersada, mientras que el otro líquido se llama fase continua. En una emulsión de aceite en agua, el aceite es la fase dispersada y el agua es la fase continua.

Estabilidad de la emulsión: Una medida de cómo cambian las propiedades de una emulsión con el tiempo. La inestabilidad generalmente está causada por: floculación, formación de crema, coalescencia y maduración de Ostwald. Estos procesos causan cambios en el tamaño y/o flotabilidad de las gotas, lo que finalmente puede conducir a la separación de fases. Una emulsión estable permanece sustancialmente sin cambios con el tiempo, incluso en condiciones desestabilizadoras, tales como altas temperaturas o agitación mecánica.

La estabilidad de la emulsión se puede medir usando una variedad de técnicas conocidas en la técnica, tales como mediciones de luz, dispersión, reflectancia de haz enfocado, centrifugación y reología.

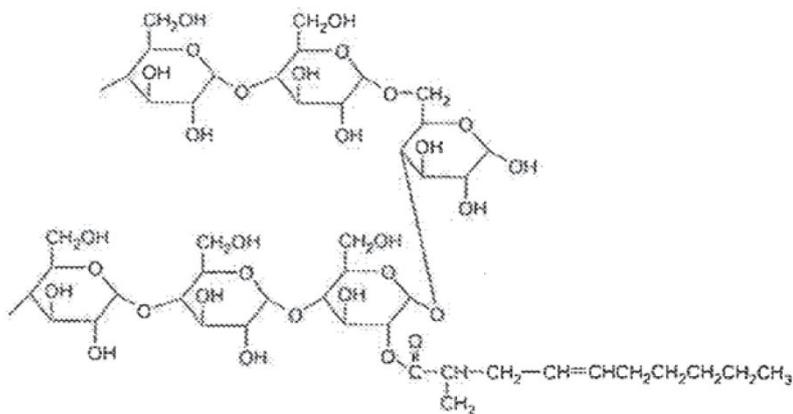
Como alternativa, la estabilidad de la emulsión se puede medir determinando la cantidad de separación de fases y calculando el índice de estabilidad. En este método, se pone el líquido en primer lugar en un recipiente cilíndrico. El recipiente puede tener marcas, con las que puede leerse la altura del líquido a simple vista. Como alternativa, se puede usar una herramienta separada, tal como una regla, para medir la altura del líquido en el cilindro.

La estabilidad de la emulsión se puede expresar como una función $(X-Y)/X$, donde X es la altura total del líquido en el cilindro e Y es la altura de la separación de fases (véase el documento WO 2012/028159 A1, Syral Belgium NV). Por lo tanto, una emulsión completamente estable sin separación de fases tendrá un índice de estabilidad de 1. En la industria de bebidas, un intervalo de índice de estabilidad aceptable es entre 0,95 y 1. Las emulsiones dentro de este intervalo se consideran estables. Una emulsión de bebida con un índice de estabilidad por debajo de este intervalo puede desarrollar un collarín con el tiempo, haciéndola inadecuada para la dilución directa para formar una bebida uniforme.

Con el tiempo, una emulsión inestable de aceite en agua se separará en sus fases constituyentes y la fase oleosa formará una capa en la parte superior de la fase acuosa. Por tanto, para una emulsión de aceite en agua, X es la altura total de la emulsión e Y es la altura de la fase oleosa separada.

Microemulsiones: Emulsiones que tienen un tamaño de gota muy fino. Se forman mezclando aceite con una mezcla de tensioactivos y disolventes. Las gotas en una microemulsión son tan pequeñas que la luz visible puede penetrar a través de la emulsión con poca o ninguna dispersión. Como resultado, la microemulsión parece clara, es decir, transparente, a la vista.

Anhídrido n-octenil succínico (nOSA): Un reactivo que se puede usar para modificar el almidón. El tratamiento del almidón con nOSA da como resultado un almidón modificado que tiene restos hidrófilos e hidrófobos, convirtiéndolo en un emulsionante útil. A continuación se muestra un fragmento de almidón de nOSA ejemplar:



Molécula de almidón

cadena de n-octenil succinilo

5

Nutracéuticos: Sustancias que se pueden añadir a un producto de comida o bebida para aumentar el valor nutricional del producto. Los nutraceuticos incluyen vitaminas, minerales, hierbas, aminoácidos, enzimas, metabolitos y otros.

10

Preemulsión: También conocida como emulsión en bruto, gruesa o primaria. Una emulsión formada antes de la homogeneización. La homogeneización reduce el tamaño de gota de una preemulsión para formar una emulsión más fina.

15

Almidón: Un polímero de carbohidratos. El almidón está constituido esencialmente por amilosa y/o amilopectina y, típicamente, está en forma de gránulos. La amilopectina es el componente principal (alrededor del 70 % al 80 %) de la mayoría de los almidones. Se encuentra en la porción externa de los gránulos de almidón y es un polímero ramificado de varios miles a varios cientos de miles de unidades de glucosa. La amilosa es el componente minoritario (alrededor del 20 al 30 %) de la mayoría de los almidones. Sin embargo, hay almidones ricos en amilosa con 50 % a 70 % de amilosa. La amilosa se encuentra en la porción interna de los gránulos de almidón y es un polímero lineal de glucosa de varios cientos a varios miles de unidades de glucosa.

20

Las fuentes de almidón incluyen, entre otras, frutas, semillas y rizomas o tubérculos de plantas. Las fuentes comunes de almidón incluyen, entre otras, arroz, trigo, maíz, patatas, tapioca, arrurruz, trigo sarraceno, plátano, cebada, mandioca, kudzu, oca, sagú, sorgo, batatas, taro y ñame. Las legumbres comestibles, tales como habas, lentejas y guisantes, también son ricas en almidón.

25

Un almidón modificado tiene una estructura que se ha modificado desde su estado nativo, dando como resultado la modificación de una o más de sus propiedades químicas o físicas. Los almidones pueden ser modificados, por ejemplo por enzimas, oxidación o sustitución con varios compuestos. Por ejemplo, los almidones se pueden modificar para aumentar la estabilidad contra el calor, ácidos o congelación, mejorar la textura, aumentar o disminuir la viscosidad, aumentar o disminuir los tiempos de gelatinización, y/o aumentar o disminuir la solubilidad, entre otros. El almidón modificado puede degradarse parcial o completamente en cadenas más cortas de moléculas de glucosa. La amilopectina puede estar desramificada. En un ejemplo, el almidón modificado está reticulado, por ejemplo para mejorar la estabilidad. Los almidones que se modifican por sustitución tienen una composición química diferente. Un almidón de n-alquenil succinato es un almidón modificado que ha sido parcialmente sustituido con un n-alquenil succinato. Un almidón de nOSA es un almidón modificado que ha sido parcialmente sustituido, por ejemplo de aproximadamente 0,1 % a aproximadamente 3 %, con anhídrido n-octenil succínico. El almidón de nOSA es un aditivo alimentario conocido (designado E-1450 por la Autoridad Europea de Seguridad Alimentaria).

35

40

Factor de dilución: Una mezcla intermedia opcional hecha con una emulsión de bebida antes de la dilución para elaborar la bebida final lista para beber. En Europa, un factor de dilución es 1+4 y 1+5, mientras que en EE. UU. un factor de dilución es 1+4,4 y 1+5,4. El contenido de aceite dependerá de la proporción de factor de dilución. Un factor de dilución 1+4 para emulsión de bebida tiene una concentración de aceite entre 0,025 % y 2,5 %.

45

Turbidez: Una medida de la transparencia de un líquido. Un líquido con alta turbidez parecerá turbio o brumoso, mientras que uno con baja turbidez parecerá transparente. La turbidez se determina en unidades de turbidez nefelométrica (NTU) utilizando un nefelómetro (también conocido como turbidímetro, por ejemplo, Hach 2100N-Germany), que mide la propensión de las partículas en el líquido a dispersar la luz. Un turbidímetro se calibra

utilizando soluciones de formazina premezcladas (StabCal 26621-10, Hach-Germany) de 0,1, 20, 200, 1000, 4000 NTU.

5 Sustitución: El acto, proceso o resultado de reemplazar una cosa por otra. La sustitución puede referirse al reemplazo de un grupo funcional en una molécula por otro como resultado de una reacción química. Por ejemplo, el anhídrido n-octenil succínico puede usarse en una reacción de sustitución con almidón para producir un almidón de nOSA.

10 Tensión superficial: La tensión de la superficie de un líquido causada por fuerzas de atracción entre las partículas en el líquido. La tensión superficial se puede medir de acuerdo con el método del anillo de du Noüy (Lecomte du Noüy, 1919) usando un tensiómetro CSC 70535 a temperatura ambiente ($20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1$).

15 Todas las proporciones de componentes de emulsión o preemulsión se refieren al porcentaje en peso (% en peso), a menos que se especifique de otra manera. Los intervalos de parámetros incluyen los puntos finales y todos los valores intermedios, a menos que se especifique de otra manera.

Descripción

20 La presente invención, según se define por las reivindicaciones adjuntas, es una bebida transparente que comprende una emulsión de bebida de aceite en agua en donde el aceite es un aceite esencial y en donde la emulsión comprende un exceso de emulsionante de almidón de nOSA a aceite esencial. También se divulga un método para fabricar una bebida transparente.

25 El método divulgado proporciona una nueva aplicación para un ingrediente conocido, el almidón de nOSA, para elaborar bebidas transparentes que contienen aceites esenciales. Anteriormente, solo se podrían producir bebidas turbias con tales almidones. Por lo tanto, el mérito de la presente invención es permitir la fabricación de bebidas transparentes en donde los almidones de nOSA se usan como emulsionantes.

30 Las bebidas divulgadas son más naturales que las bebidas transparentes anteriores, ya que no se requieren emulsionantes o disolventes adicionales para estabilizar las bebidas divulgadas.

35 El método divulgado no incluye necesariamente una etapa de desterpenación, y puede usarse en lugar de los métodos de lavado tradicionales para elaborar bebidas transparentes. Por tanto, se pueden evitar los efectos negativos asociados con el proceso de desterpenación.

Como los terpenos se retienen usando el método divulgado, la bebida de la invención puede tener un sabor más fresco, que generalmente se puede atribuir a la presencia de terpenos.

40 Adicionalmente, el almidón de nOSA es un ingrediente de bajo coste comparado con el alcohol o el propilenglicol. Por tanto, el proceso de la invención proporciona una alternativa de bajo coste al lavado. El proceso inventado también es más simple, más corto y más fácil de usar que el lavado.

Proporción de emulsionante de almidón modificado:aceite esencial

45 Los almidones de nOSA son emulsionantes conocidos en la industria de bebidas, que tradicionalmente se ha utilizado como una alternativa a la goma arábica. La goma arábica o el almidón de nOSA se utilizan para producir macroemulsiones para elaborar bebidas turbias que imitan el aspecto natural de los aceites cítricos. Las bebidas turbias tienen una alta turbidez, por ejemplo, entre 100 y 300 NTU, o incluso hasta 2000 NTU.

50 Una emulsión de bebida turbia estándar que utiliza goma arábica comprende una proporción máxima de aceite a goma arábica de 1,5:1 p/p. Cuando se usa almidón de nOSA como emulsionante de reemplazo, se usa típicamente en una proporción máxima de 1:1 p/p.

55 Por el contrario, la emulsión de la presente invención es una emulsión de bebida que contiene un exceso de almidón de nOSA para aceite esencial, que se puede usar para hacer que una bebida sea ópticamente transparente.

60 Los niveles excesivos de dicho emulsionante no se han utilizado previamente para elaborar bebidas transparentes porque se pensaba que los emulsionantes contribuían a la opacidad. Los inventores han descubierto que una emulsión que comprende un exceso de almidón de nOSA, inesperadamente da como resultado una bebida que tiene transparencia óptica y baja turbidez, en particular cuando se produce de acuerdo con el método de la invención.

65 La cantidad de almidón de n-OSA en la emulsión puede variar, siempre y cuando el emulsionante permanezca en exceso con respecto a la cantidad de aceite esencial. La proporción entre el almidón de nOSA y el aceite esencial está entre 1,2:1 y 8:1, preferentemente entre 2:1 y 8:1, o entre 2,5:1 y 8:1, o entre 2,5:1 y 6:1, o entre 2,5:1 y 5:1, o entre 4:1 y 6:1 (p/p). Estas proporciones preferidas pueden producir emulsiones que se pueden usar para elaborar bebidas de transparencia óptima, y que también son estables y rentables de elaborar.

Fase oleosa

5 El aceite usado en la emulsión de la invención es un aceite esencial, que comprende un aceite cítrico, tal como aceite de naranja, aceite de limón, aceite de lima, aceite de pomelo, aceite de tangerina, aceite de mandarina o aceite de bergamota. El aceite puede comprender una mezcla de uno o más de los aceites mencionados entre sí.

10 La tecnología divulgada en el presente documento también puede usarse para producir bebidas de color transparente que contienen pigmentos solubles en aceite, tal como betacaroteno, pimentón o luteína. La invención también puede usarse para producir bebidas saludables que contienen nutraceuticos solubles en aceite, tales como vitaminas y minerales.

Preparación de almidón de nOSA

15 Los almidones cerosos y los almidones de raíz o tubérculo normalmente sufren una degradación pronunciada de la viscosidad durante el calentamiento prolongado debido a la degradación y la despolimerización parcial de los gránulos de almidón. La oxidación parcial del almidón con hipoclorito y la reacción con anhídrido n-octenil succínico para formar un almidón de nOSA da como resultado un almidón con mejor estabilidad al calor y al cizallamiento. El tratamiento con hipoclorito introduce puentes intermoleculares o reticulaciones dentro de los gránulos de almidón. El
20 tratamiento con anhídrido n-octenil succínico da como resultado una molécula de almidón sustituido que tiene restos hidrófilos e hidrófobos.

25 Los métodos para oxidar el almidón con hipoclorito y hacerlo reaccionar con anhídrido n-octenil succínico se describen brevemente en el presente documento. En algunos ejemplos, el almidón se hace reaccionar con anhídrido n-octenil succínico pero no se oxida.

30 En ejemplos particulares, los almidones usados en la presente divulgación se oxidan parcialmente por reacción con hipoclorito, por ejemplo, en forma de sal de sodio o calcio, correspondiente a 100-4000 ppm de cloro activo, tal como 500-2000 ppm, a un pH entre 7,5 y 11,5, Tal como entre 8,5 y 10,5. En general, las condiciones de reacción (nivel de cloro, tiempo, temperatura, pH) se controlan de tal manera que no se produce una degradación sustancial del almidón ni una formación sustancial de grupos carboxilo (<0,1 %). Los tiempos y temperaturas de reacción típicos están entre 0,25 a 5 horas y entre 10 °C y 55 °C, respectivamente.

35 En un ejemplo, un almidón de maíz ceroso sustituido con nOSA, parcialmente oxidado, se puede preparar de la siguiente manera: se suspenden 2 kg de almidón de maíz ceroso nativo (Cerestar 04201) en 3 l de agua corriente. La suspensión se calienta a 30 °C y el pH se ajusta a 10,5. A esta suspensión, se le añade hipoclorito de sodio en una cantidad correspondiente a 1000 ppm de cloro activo. Bajo agitación constante, se deja que la reacción continúe durante aproximadamente 1-5 horas. Después de la reacción, el pH se lleva a aproximadamente 6 y el exceso de cloro se neutraliza con bisulfito de sodio. El almidón parcialmente oxidado se lava entonces con agua y se seca
40 hasta aproximadamente 10-15 % de humedad. Se puede realizar una reacción similar a pH 8,5 para el almidón de tapioca. Las condiciones de oxidación suaves descritas dan como resultado una reticulación dentro de las moléculas de almidón y un aumento correspondiente en la estabilidad al calor y al cizallamiento. El tamaño de los gránulos de almidón no cambia a aproximadamente 10-100 micrómetros. Las condiciones de oxidación más estrictas típicamente descritas en la técnica anterior provocan la despolimerización de las moléculas de almidón y un gránulo más
45 pequeño.

50 Cuando la reacción de oxidación se lleva a cabo en combinación con una modificación química tal como la n-octenilsuccinilación, el tratamiento con hipoclorito puede ocurrir antes, durante o después de la reacción de modificación química. Por ejemplo, antes o después del tratamiento con hipoclorito, el almidón se trata con anhídrido n-octenil succínico al 3 % a 30 °C y pH 8,5 durante aproximadamente una hora. Como se muestra a continuación en la Ec. 1, la reacción con el anhídrido n-octenil succínico produce un almidón sustituido (almidón de nOSA).

55 El almidón de nOSA utilizado en el método divulgado tiene un GS del 3 % o menos para proporcionar una hidrofobicidad óptima, mientras que también se ajusta a los estándares regulatorios en la mayoría de las jurisdicciones. Para su uso en productos alimentarios, en los Estados Unidos, el artículo 21 CFR § 172.892 (d) limita el grado de sustitución con anhídrido n-octenil succínico al 3 %. Preferentemente, el almidón de nOSA tiene un GS de entre 2,5 % y 3 %, o 2,5 % o menos, o 2 % o menos, o 1,5 % o menos, o 1 % o menos, o 0,5 % o menos. Los intervalos de porcentaje antes mencionados no incluyen 0 %.

60 Los almidones de nOSA utilizados en ejemplos específicos pueden haberse oxidado parcialmente con hipoclorito y sustituido con anhídrido n-octenil succínico hasta una sustitución máxima del 3 %. Las moléculas de almidón de nOSA conservan su naturaleza ramificada y forman gránulos de aproximadamente 10-100 micrómetros de diámetro. Sin embargo, un experto en la materia apreciará que la oxidación es opcional. El almidón de nOSA utilizado en los ejemplos a continuación está disponible en el mercado y es fabricado por Cargill, Inc., con sede en Mineápolis,
65 Minesota.

Preparación de emulsión de bebida

La emulsión de la presente invención se produce elaborando en primer lugar una preemulsión de acuerdo con los métodos convencionales conocidos por el experto, y homogeneizando entonces la preemulsión para reducir el tamaño de gota.

La preemulsión es una emulsión de aceite en agua que comprende almidón de nOSA como emulsionante y el aceite esencial elegido, en donde dicho emulsionado está en exceso con respecto al aceite esencial en una proporción de entre 1,2:1 y 8:1, preferentemente entre 2:1 y 8:1, o entre 2,5:1 y 8:1, o entre 2,5:1 y 6:1, o entre 2,5:1 y 5:1, o entre 4:1 y 6:1 (% en peso).

El almidón modificado puede formar parte de la fase oleosa o la fase acuosa, dependiendo del método que se use para elaborar la emulsión. Usando el llamado "método inglés", el almidón modificado se añade en primer lugar al agua para formar la fase acuosa, y después el aceite esencial se añade lentamente. Usando el "método continental", el almidón modificado se humedece en primer lugar con el aceite esencial y después se añade el agua.

La preemulsión se puede homogeneizar usando cualquier técnica conocida en la técnica, tal como con un homogeneizador de válvula convencional, mezclador de alto cizallamiento, ultrasonidos o microfluidización.

El método de homogeneización típicamente aplica presión sobre las gotas de la preemulsión para romperlas en gotas más pequeñas, dicha presión se denominará en lo sucesivo en el presente documento como presión de homogeneización. Dicha presión de homogeneización está preferentemente entre 100 y 500 bar, más preferentemente entre 200 bar y 300 bar, aún más preferentemente 300 bar o más. La presión superior a 300 bar generalmente se considera alta presión. Se utiliza un número adecuado de pasadas, teniendo en cuenta las consideraciones de tiempo y coste. Preferentemente 1 pasada, más preferentemente dos pasadas, incluso más preferentemente se usan 3 pasadas, ya sea de forma discontinua o en serie.

En algunas realizaciones preferidas, el almidón de nOSA es el único emulsionante utilizado y no se añaden emulsionantes y/o disolventes adicionales a la preemulsión y/o emulsión. Se puede obtener una bebida estable, ópticamente transparente, usando el método de la invención sin emulsionantes o disolventes adicionales. No tener emulsionantes y disolventes adicionales es ventajoso ya que los aditivos se consideran cada vez más indeseables en la industria de alimentos y bebidas. Los consumidores se sienten cada vez más atraídos por los beneficios para la salud asociados con alimentos y bebidas más naturales que son bajos en aditivos.

En realizaciones alternativas, se puede usar una pequeña cantidad de emulsionantes y/o disolventes adicionales para mejorar las condiciones de tensión superficial para producir un tamaño de gota fino cuando se utilizan ciertos aceites esenciales, más viscosos. Preferentemente, el emulsionante adicional es polisorbato. Otros emulsionantes que pueden usarse son los sucroésteres, lecitina o palmitato de ascorbilo. Cuando se usan emulsionantes y/o disolventes adicionales, no necesitan añadirse en cantidades tan altas como en las emulsiones de bebidas tradicionales. Por ejemplo, si se añade polisorbato, este se añade preferentemente en una proporción de aceite esencial a polisorbato de 1:0,75 (% en peso).

En dichas realizaciones alternativas, se deben añadir emulsionantes y/o codisolventes adicionales antes de la homogeneización y se deben mezclar con la fase oleosa para disminuir la tensión superficial.

En algunas realizaciones preferidas, la emulsión tiene un índice de estabilidad entre 0,95 y 1, ambos inclusive.

La emulsión homogeneizada puede secarse para formar un polvo que puede transportarse y almacenarse fácilmente. El polvo se puede rehidratar para formar una emulsión o bebida lista para beber, según se desee.

Preparación de una bebida transparente

La emulsión de la presente divulgación puede convertirse en una bebida transparente lista para beber diluyéndola, por ejemplo, con agua. Opcionalmente, se puede crear un factor de dilución con la emulsión antes de diluirla. Otros ingredientes, tales como edulcorantes, reguladores de la acidez y/o conservantes, se pueden añadir a la emulsión antes, durante o después de la dilución.

La proporción de almidón de nOSA a aceite esencial permanece esencialmente igual en la emulsión de bebida, la bebida a la que se ha aplicado el factor de dilución y la bebida final. Estas fases difieren principalmente en el nivel de dilución. Una emulsión de bebida puede tener una concentración de aceite esencial de, por ejemplo, 2 % a 20 %, un factor de dilución 1+ 4 puede tener una concentración de aceite esencial de, por ejemplo, 0,025 % a 2,5 %, preferentemente de 0,025 % a 1,995 %, y la bebida puede tener una concentración de aceite esencial de, por ejemplo, 0,005 % a 0,5 %, preferentemente entre 0,005 % y 0,020 %.

En la industria, las bebidas generalmente se almacenan durante un periodo de tiempo después de la producción, conocido como el periodo de cuarentena, para ensayos de calidad y seguridad. Un periodo de cuarentena

convencional es de aproximadamente 1-2 días.

Los inventores investigaron los efectos de un periodo de cuarentena más largo que el convencional. Encontraron inesperadamente que, durante un periodo de cuarentena más largo, la turbidez de una bebida elaborada con la emulsión de la invención disminuye y la bebida finalmente se vuelve ópticamente transparente. Por ejemplo, una bebida que tiene una turbidez inicial de aproximadamente 15-20 NTU puede alcanzar una turbidez de menos de 5 NTU, o incluso menos de 2 NTU, por lo tanto, parece transparente, después de permanecer en cuarentena, por ejemplo, durante 15 días a temperatura ambiente. La bebida permanece transparente y estable a partir de entonces. Por tanto, en el método divulgado, la bebida se almacena preferentemente a temperatura ambiente durante al menos 15 días después de la producción para lograr la turbidez y transparencia óptica deseadas.

Una bebida se considera transparente si tiene una turbidez de menos de 5 NTU. Por lo tanto, la invención se refiere a una bebida transparente que tiene una turbidez de menos de 5 NTU, más preferentemente menos de 2 NTU, incluso más preferentemente menos de 1,5 NTU, incluso más preferentemente menos de 1 NTU, e incluso más preferentemente menos de 0,5 NTU, conteniendo dicha bebida la emulsión de bebida de la invención. Preferentemente, dicha bebida transparente se produce mediante el método de la presente divulgación.

En realizaciones preferidas, la bebida transparente de la invención tiene un índice de estabilidad de entre 0,95 y 1, ambos inclusive.

En algunas realizaciones, la bebida transparente de la invención tiene una tensión superficial de entre 0,03 N/m (30 dinas/cm) y 0,07 N/m (70 dinas/cm), más preferentemente entre 0,04 N/m (40 dinas/cm) y 0,06 N/m (60 dinas/cm), más preferentemente entre 0,05 N/m (50 dinas/cm) y 0,06 N/m (60 dinas/cm), más preferentemente entre 0,05 N/m (50 dinas/cm) y 0,055 N/m (55 dinas/cm). En algunas realizaciones preferidas, la tensión superficial es 0,053 N/m (53 dinas/cm) o menos.

La bebida transparente de la presente invención tiene un tamaño de gota preferentemente de aproximadamente 100-250 nm. Este tamaño de gota causa poca o ninguna interferencia con la luz visible, haciendo que la bebida parezca transparente.

Así, la emulsión de bebida de la presente invención puede usarse para fabricar una bebida estable, ópticamente transparente.

Las características divulgadas en la descripción anterior, o en las siguientes reivindicaciones, o en los dibujos adjuntos, expresadas en sus formas específicas o en términos de un medio para realizar la función divulgada, o un método o proceso para lograr el resultado divulgado, según sea apropiado, pueden, por separado, o en cualquier combinación de tales características, ser utilizadas para realizar la invención en diversas formas de la misma. Por ejemplo, aunque la divulgación anterior se refiere al almidón de nOSA, el almidón modificado con OSA podría usarse alternativamente. El almidón modificado de OSA tiene un grupo octenilo ramificado, en lugar de lineal. Los métodos para elaborar almidón modificado con OSA son conocidos en la técnica.

A continuación, se explicará la invención con mayor detalle mediante los siguientes ejemplos no limitantes.

Ejemplo 1: optimización de composiciones de emulsión

Se llevaron a cabo experimentos para desarrollar composiciones para emulsiones de bebidas que dan como resultado una turbidez (<5 NTU), estabilidad (índice de estabilidad entre 0,95 y 1) y tensión superficial (<0,053 N/m, es decir, <53 dinas/cm) aceptables en la bebida terminada. Los experimentos revelaron que el tipo y la cantidad de emulsionante, y las proporciones de emulsionante a aceite fueron factores importantes para la fabricación de bebidas transparentes.

Se descubrió que el almidón de nOSA es un emulsionante eficaz para elaborar una bebida transparente.

Los experimentos fueron diseñados para optimizar las emulsiones que contienen almidón de nOSA y dilucidar los efectos combinados de cada variable sobre la transparencia, estabilidad y tensión superficial de la bebida/emulsión. Un enfoque estadístico [por ejemplo, Box, G.E.P., Hunter, WG y Hunter, J. S. (1978) *Statistics for Experimenters*] permitió una reducción en el número total de experimentos requeridos. Los resultados generados se trazaron utilizando un paquete estadístico comercial, JMP versión 10.0 (SAS, Institute Inc, NC, EE. UU.).

Se analizó la composición de la emulsión requerida para que la emulsión y la bebida terminada fueran estables (índice de estabilidad entre 0,95 y 1). La estabilidad de cada emulsión y bebida correspondiente, se determinó calculando el índice de estabilidad de acuerdo con la metodología divulgada en el documento WO 2012/028159 A1, Syral Belgium NV. En resumen, la emulsión/bebida se puso en un recipiente cilíndrico y se almacenó durante un periodo de tiempo. Si se observó una línea de demarcación, se midió la altura de la fase separada y el valor obtenido se dividió por la altura total del líquido para obtener el índice de estabilidad. Luego se dedujo la siguiente ecuación polinómica que puede usarse para explicar la relación entre la composición de las emulsiones/bebidas y su

estabilidad.

$$\text{Estabilidad} = 0,90 + 0,01 \text{ Pres} + 0,07 \text{ Almidón} - 0,15 \text{ Poli} + 0,02 \text{ PresxPoli} + 0,01 \text{ PasxPoli} + 0,01 \text{ AlmidónxPoli} - 0,01 \text{ Pres}^2 - 0,01 \text{ Pas}^2 + 0,07 \text{ Almidón}^2 - 0,12 \text{ Poli}^2$$

(Ecuación 1)

en donde: Pres = Presión de homogeneización; Poli = Concentración de polisorbato (si es aplicable); Almidón = Concentración de almidón (nOSA); Pas = Número de pasadas de homogeneización

Esta ecuación se utilizó para generar gráficos de superficie de respuesta y contorno de la estabilidad de la emulsión de bebida, mostrados en las Figuras 1 y 2, respectivamente.

También se analizó la composición de emulsión requerida para que la bebida terminada fuera transparente. La transparencia óptica de las bebidas terminadas se midió como turbidez usando un turbidímetro Hach 2100N-Alemania calibrado usando soluciones de formazina premezcladas (StabCal 26621 - 10, Hach-Germany) de 0,1, 20, 200, 1000, 4000 NTU. La turbidez de las bebidas se midió una vez por semana durante 3 meses. Se dedujo la siguiente ecuación polinómica para explicar la relación entre la composición de las emulsiones y la transparencia de la bebida correspondiente:

$$\text{Turbidez} = 1,73 - 0,13 \text{ Pres} + 0,02 \text{ Pas} + 0,16 \text{ Almidón} - 0,49 \text{ Poli} - 0,04 \text{ PresxPas} + 0,02 \text{ PresxAlmidón} + 0,28 \text{ PasxAlmidón} + 0,10 \text{ PresxPoli} + 0,07 \text{ PasxPoli} - 0,122 \text{ AlmidónxPoli} - 0,07 \text{ Pres}^2 - 0,02 \text{ Pas}^2 + 0,12 \text{ Almidón}^2 - 0,56 \text{ Poli}^2$$

(Ecuación 2)

Esta ecuación se utilizó para generar gráficos de superficie de respuesta y contorno de la turbidez de las bebidas terminadas después de un periodo de almacenamiento (cuarentena) de 15 días, mostrados en las Figuras 3 y 4, respectivamente.

También se analizó la composición de la emulsión requerida para que la emulsión y la bebida terminada tengan una tensión superficial óptima. La tensión superficial de cada emulsión y la bebida correspondiente se determinó de acuerdo con el método del anillo de Noüy (Lecomte du Noüy, 1919) usando un tensiómetro CSC 70535 a temperatura ambiente (20 °C ± 1). Se dedujo la siguiente ecuación polinómica para explicar la relación entre la composición de las emulsiones y la tensión superficial de las emulsiones y las bebidas correspondientes:

$$\text{Tensión superficial} = 36,27 - 0,79 \text{ Pres} + 0,53 \text{ Pas} + 2,54 \text{ Almidón} - 6,54 \text{ Poli} - 0,15 \text{ PresxPas} - 1,80 \text{ PresxAlmidón} + 1,44 \text{ PasxAlmidón} - 0,08 \text{ PresxPoli} - 0,21 \text{ PasxPoli} + 0,44 \text{ AlmidónxPoli} + 0,54 \text{ Pres}^2 + 0,47 \text{ Pas}^2 + 2,71 \text{ Almidón}^2 + 7,34 \text{ Poli}^2$$

(Ecuación 3)

Esta ecuación se utilizó para generar gráficos de superficie de respuesta y contorno para la tensión superficial de las bebidas terminadas, mostrados en las Figuras 5 y 6, respectivamente.

Para determinar el conjunto de parámetros operativos que permiten la optimización simultánea de las tres variables de respuesta anteriores, los gráficos de contorno para estabilidad, turbidez y tensión superficial se superpusieron, como se muestra en la Figura 7.

Cada gráfico de contorno se representó de acuerdo con las restricciones de optimización que satisfacen los requisitos de una bebida estable y transparente, como se indica en la Tabla 1 a continuación.

| índice de estabilidad | Turbidez (NTU) | Tensión superficial (dina cm ⁻¹) |
|----------------------------|----------------|--|
| >0,95 | <2,0 | <53 |
| Presión de homogeneización | 300 bar | |
| Número de pasadas | 1 | |

Tabla 1: Conjunto de restricciones para una emulsión de bebida transparente estable

La región sin sombrear de la figura 7 muestra la zona de operación óptima que representa las condiciones de operación preferidas, mientras que la región sombreada indica condiciones de operación inapropiadas para elaborar una bebida transparente. La Cruz 1 está dentro de la zona de operación óptima, mientras que las Cruces 2 y 3 están fuera de la zona de operación óptima.

Ejemplo 2: preparación de una emulsión de bebida derivada de la cruz 1.

ES 2 776 385 T3

Se preparó una emulsión de bebida con sabor a lima-limón de acuerdo con la composición derivada de la Cruz 1 en la figura 7. Los ingredientes y la formulación para esta emulsión de bebida se muestran en la tabla 2. No se añadió polisorbato.

| Ingredientes | Fase | % p/p |
|--------------------|-------------|--------|
| Agua tratada | FASE ACUOSA | 84,530 |
| Almidón de nOSA | | 12,500 |
| Sorbato de potasio | | 0,100 |
| Ácido cítrico | | 0,35 |
| Aceite de limón 1x | FASE OLEOSA | 1,625 |
| Aceite de lima 1x | | 0,875 |
| Antioxidante | | 0,020 |

Densidad relativa 1,00684

Acidez 0,300 % p/p

Proporción almidón:aceite 1:5

5 Tabla 2: Ingredientes y formulación para una emulsión de bebida de acuerdo con la Cruz 1.

Los ingredientes se mezclaron entre sí en el orden en que aparecen en la tabla 2 para formar una preemulsión, y luego se homogeneizaron posteriormente a 300 bar durante 1 pasada con un homogenizador de alta presión de doble válvula (Niro Soavi) para reducir el tamaño de gota y formar la emulsión de bebida.

10

Ejemplo 3: preparación de una bebida terminada a partir de la emulsión de bebida derivada de la cruz 1.

La emulsión de bebida de lima-limón del ejemplo 2 se combinó con ingredientes adicionales en las cantidades y el orden indicados en la Tabla 3 para producir un jarabe de factor de dilución 5, que luego se diluyó adicionalmente en una bebida carbonatada terminada.

15

| Ingredientes | % p/p |
|--------------------------------------|--------|
| Azúcar | 9,230 |
| Sorbato de potasio | 0,015 |
| Ácido cítrico | 0,240 |
| Citrato trisódico | 0,020 |
| Emulsión de lima-limón del ejemplo 1 | 0,100 |
| Agua carbonatada (8 gl-1) | 90,395 |

Tabla 3: Ingredientes de una bebida terminada producida a partir de la emulsión de bebida del ejemplo 2.

Ejemplo 4: preparación de una emulsión de bebida derivada de la cruz 2.

20

Se preparó una emulsión de bebida con sabor a lima-limón de acuerdo con la composición derivada de la Cruz 2 en la figura 7. Los ingredientes y la formulación para esta emulsión de bebidas se muestran en la Tabla 4. La proporción de polisorbato a aceite era de 0,6:1. Se usó el mismo método para preparar la emulsión que en el ejemplo 1.

| Ingredientes | Fase | % p/p |
|--------------------|-------------|--------|
| Agua tratada | FASE ACUOSA | 88,030 |
| Almidón de nOSA | | 7,500 |
| Sorbato de potasio | | 0,100 |
| Ácido cítrico | | 0,35 |
| Aceite de limón 1x | FASE OLEOSA | 1,625 |
| Aceite de lima 1x | | 0,875 |
| Polisorbato 80 | | 1,5 |
| Antioxidante | | 0,020 |

25 Tabla 4: Ingredientes y formulación para una emulsión de bebida de acuerdo con la Cruz 2.

Ejemplo 5: preparación de una bebida terminada a partir de la emulsión de bebida derivada de la cruz 2.

La emulsión de lima-limón del ejemplo 4 se combinó con ingredientes adicionales en las cantidades y el orden indicados en la Tabla 5 para producir un jarabe de factor de dilución 5, que luego se diluyó adicionalmente en una

30

bebida carbonatada terminada.

| Ingredientes | % p/p |
|--------------------------------------|--------|
| Azúcar | 9,230 |
| Sorbato de potasio | 0,015 |
| Ácido cítrico | 0,240 |
| Citrato trisódico | 0,020 |
| Emulsión de lima-limón del ejemplo 3 | 0,100 |
| Agua carbonatada (8 gl-1) | 90,395 |

Tabla 5: Ingredientes de una bebida terminada producida a partir de la emulsión de bebida del ejemplo 4.

5 Ejemplo 6: preparación de una emulsión de bebida derivada de la cruz 3.

Se preparó una emulsión de bebida con sabor a lima-limón de acuerdo con la composición derivada de la Cruz 3 en la figura 7. Los ingredientes y la formulación para esta emulsión de bebidas se muestran en la Tabla 6. La proporción de polisorbato a aceite era de 3:1. Se usó el mismo método para preparar la emulsión que en el ejemplo 1.

10

| Ingredientes | Fase | % p/p |
|--------------------|-------------|--------|
| Agua tratada | FASE ACUOSA | 84,530 |
| Almidón de nOSA | | 5,000 |
| Sorbato de potasio | | 0,100 |
| Ácido cítrico | | 0,35 |
| Aceite de limón 1x | FASE OLEOSA | 1,625 |
| Aceite de lima 1x | | 0,875 |
| Polisorbato 80 | | 7,5 |
| Antioxidante | | 0,020 |

Tabla 6: Ingredientes y formulación para una emulsión de bebida de acuerdo con la Cruz 3.

Ejemplo 7: preparación de una bebida terminada a partir de la emulsión de bebida derivada de la cruz 3.

15 La emulsión de lima-limón del ejemplo 5 se combinó con ingredientes adicionales en las cantidades y el orden indicados en la Tabla 7 para producir un jarabe de factor de dilución 5, que luego se diluyó adicionalmente en una bebida no carbonatada terminada.

| Ingredientes | % p/p |
|--------------------------------------|--------|
| Azúcar | 9,230 |
| Sorbato de potasio | 0,015 |
| Ácido cítrico | 0,240 |
| Citrato trisódico | 0,020 |
| Emulsión de lima-limón del ejemplo 5 | 0,100 |
| Agua tratada | 90,395 |

Tabla 7: Ingredientes de una bebida terminada producida a partir de la emulsión de bebida del ejemplo 6.

20

Las emulsiones de bebidas de los ejemplos 2 (Cruz 1), 4 (Cruz 2) y 6 (Cruz 3) se evaluaron para estabilidad durante el almacenamiento midiendo el índice de estabilidad para 4 repeticiones y tomando un promedio. Las bebidas terminadas de los ejemplos 3, 5 y 7 se evaluaron midiendo la turbidez y la tensión superficial durante 4 repeticiones y tomando un promedio. Los resultados se muestran en la tabla 8.

25

Las emulsiones de bebidas derivadas de las Cruces 2 y 3, que contienen polisorbato, fallaron debido a la separación de fases de la emulsión como se predice en la Figura 7 y la ecuación 1. Por el contrario, la emulsión de bebida derivada de la cruz 1, que no contenía polisorbato, Satisfizo todos los criterios para una emulsión de bebida estable y transparente mostrada en la tabla 1.

30

| | Respuesta | Valor predicho | Valores medidos | Diana | Decisión |
|--------------------------------------|----------------|----------------|-----------------|-------|----------|
| CRUZ 1 en la FIG. 7 (Ejemplos 2 y 3) | Turbidez (NTU) | 1,73 | 1,37±0,17 | <2,00 | PASA |

| | Respuesta | Valor predicho | Valores medidos | Diana | Decisión |
|---|--------------------------------|----------------------|---------------------------|--------------------|----------|
| | Tensión superficial (dinas/cm) | 51,2 (0,0512 N/m) | 52,9±0,64 (0,0529 N/m) | <53 (0,053 N/m) | PASA |
| | Índice de estabilidad | 0,98 | 1 | >0,95 | PASA |
| CRUZ 2 en la FIG. 7 (Ejemplos 4 y 5) | Turbidez (NTU) | 1,73 | 1,67±0,07 | <2,00 | PASA |
| | Tensión superficial (dinas/cm) | 36,1 (0,0361 N/m) | 37,5±1,06 (0,0375 N/m) | <53 (0,053 N/m) | PASA |
| | Índice de estabilidad | 0,89 | 0,89±0,01 | >0,95 | FALLA |
| CRUZ 3 en la FIG. 7 (Ejemplos 6 y 7) | Turbidez (NTU) | 0,79 | 0,84±0,08 | <2,00 | PASA |
| | Tensión superficial (dinas/cm) | 37,4 (0,0374 N/m) | 38,8±0,72 (0,0388 N/m) | <53 (0,053 N/m) | PASA |
| | Índice de estabilidad | 0,59 | 0,66±0,09 | >0,95 | FALLA |

Tabla 8: Valor predicho frente a valor medido promedio para el índice de estabilidad de las emulsiones de bebidas de los ejemplos 2, 4 y 6, y la turbidez y la tensión superficial de las bebidas de los ejemplos 3, 5 y 7, evaluado según los criterios para una emulsión de bebida estable y transparente mostrada en la tabla 1 (diana).

5

Sumario

Con base en los resultados colectivos de los ejemplos 1 a 7, se determinó que la zona de operabilidad preferida para una bebida estable y transparente estaba localizada entre 1,2:1 y 8:1 para la proporción almidón de nOSA a aceite, de 100 bar a 500 bar para la presión de homogeneización, y de 1 a 3 para el número de pasadas de homogeneización. Es más, se obtuvieron mejores resultados cuando no se usó emulsionante adicional, es decir, polisorbato.

10

Ejemplo 8: comparación con aceite de limón lavado.

15

Se prepararon cinco emulsiones con sabor a limón (AE) de acuerdo con los métodos divulgados usando los ingredientes y formulaciones mostrados en la tabla 9.

La Tabla 9 también incluye los ingredientes y formulaciones para elaborar el aceite de limón lavado. Se describe a continuación el proceso para producir este aceite de limón lavado:

20

- 1) Pesare el aceite de limón y el etanol 1 y añadir juntos para elaborar la Mezcla A
- 2) Añadir muy lentamente agua a la Mezcla A a temperatura ambiente para elaborar la Mezcla B
- 3) Almacenar la mezcla B a 4-6 °C y dejar que se separe durante un periodo de 48 h
- 4) Separar la fase hidroalcohólica (capa inferior) de la mezcla B por decantación
- 5) Añadir tocoferol y etanol 2 a la fase separada
- 6) Agitar y verificar que la turbidez está entre 2-5 NTU, o menos
- 7) Si la turbidez es demasiado alta (>5 NTU), almacenar el producto de la etapa 5) a -18 °C hasta que la temperatura sea inferior a 0 °C
- 8) Filtrar a temperatura inferior a 0 °C
- 9) El producto ahora debería ser transparente a 0 °C (2-5 NTU o menos)

30

| Compuestos | Lavado | Emulsión A | Emulsión B | Emulsión C | Emulsión D | Emulsión E |
|---------------------------|--------|------------|------------|------------|------------|------------|
| | % p/p | | | | | |
| Aceite de limón Italia 1x | 12,00 | 3,13 | 3,13 | 0,00 | 4,25 | 4,25 |
| Aceite de limón Italia 5x | | 1,88 | 1,88 | 5,56 | 1,27 | 1,27 |
| Tocoferol | 0,02 | 0,02 | 0,02 | 0,02 | 0,02 | 0,02 |
| Etanol | 50,00 | | | | | |
| Agua | 27,98 | 81,78 | 86,78 | 81,22 | 86,26 | |
| Etanol | 10,00 | | | | | |
| Almidón de N-osa | | 12,50 | 7,50 | 12,50 | | 12,50 |
| Sorbato de potasio | | 0,10 | 0,10 | 0,10 | 0,10 | 0,10 |
| Ácido cítrico | | 0,60 | 0,60 | 0,60 | 0,60 | 0,60 |

Tabla 9: Ingredientes y formulaciones para elaborar las emulsiones A-E y el aceite de limón lavado.

ES 2 776 385 T3

El aceite de limón lavado y las emulsiones de limón se combinaron con ingredientes adicionales en las cantidades y el orden indicados en la Tabla 10 para producir un jarabe de factor de dilución 5, que luego se diluyó adicionalmente en una bebida terminada.

| Ingredientes | % p/p |
|-----------------------|------------|
| Azúcar | 9,230 |
| Sorbato de potasio | 0,015 |
| Ácido cítrico | 0,240 |
| Citrato trisódico | 0,020 |
| Lavado o emulsión A-E | Variable * |
| Agua tratada hasta | 100 |

*: véase la Tabla 11

5 Tabla 10: Ingredientes de las bebidas terminadas producidas con aceite de limón lavado o a partir de la emulsión de bebida A a E.

| Tiempo de observación | Lavado 1 g/l RTD | Emulsión A 0,5 g/l RTD | Emulsión B 0,5 g/l RTD | Emulsión C 0,25 g/l RTD | Emulsión D 0,5 g/l RTD | Emulsión E 0,5 g/l RTD |
|-----------------------|---------------------|---------------------------|---------------------------|----------------------------|---------------------------|---------------------------|
| | Turbidez (NTU) | | | | | |
| Día 1 | 1,65 | 16,45 | 8,13 | 5,48 | 16,05 | 20,20 |
| Día 5 | 1,63 | 3,33 | 1,85 | 2,45 | 2,99 | 4,25 |
| Día 10 | 1,70 | 2,62 | 1,38 | 2,45 | 2,32 | 2,80 |
| Día 15 | 1,65 | 1,94 | 1,16 | 2,00 | 1,82 | 2,19 |
| Día 30 | 1,60 | 1,70 | 1,06 | 1,66 | 1,49 | 1,61 |

Tabla 11: Mediciones de turbidez para las bebidas terminadas de la tabla 10 con el tiempo. RTD = bebida lista para tomar

10 Se evaluó la turbidez de las bebidas terminadas durante un periodo de un mes. Con la excepción de la Emulsión E, todos los sistemas exhibieron valores de turbidez inferiores o iguales a 2 NTU después de un periodo de almacenamiento de 15 días y satisficieron los criterios para una emulsión de bebida estable y transparente establecidos en la tabla 1.

15 Ejemplo 9: comparación de ensayo sensorial en aceite de limón lavado.

20 El aceite lavado y las emulsiones de limón B, C y D del ejemplo 8 se combinaron con ingredientes adicionales en las cantidades y el orden indicados en la tabla 10 para producir un jarabe de factor de dilución 5, que se diluyó aún más en una bebida terminada usando agua carbonatada ($8 \text{ g/l}^{-1} \text{ CO}_2$) en lugar de agua tratada sin gas (calidad alimentaria). Se evaluó la similitud sensorial (por ejemplo, sabor) de cada bebida carbonatada frente a su homólogo lavado utilizando el método de ensayo triangular (ISO4120:2004, 2ª Ed.). El homólogo lavado representa una bebida de limón carbonatada comercial bien conocida. Los resultados se muestran en la tabla 12.

| Bebida con | Jueces totales | Respuestas correctas | Respuestas diana mínimas* | Decisión |
|------------|----------------|----------------------|---------------------------|----------|
| Emulsión 8 | 13 | 10 | 8 | FALLA |
| Emulsión C | 15 | 9 | 9 | PASA |
| Emulsión D | 15 | 7 | 9 | FALLA |

*: nivel de riesgo α : 0,05

25 Tabla 12: Resultados de los ensayos sensoriales de las emulsiones B, C y D frente al producto de aceite de limón lavado.

30 El perfil sensorial de las bebidas elaboradas a partir de la Emulsión B, D y el aceite lavado se consideraron diferentes. Por el contrario, los resultados demostraron que cualquier diferencia sensorial que exista entre las bebidas elaboradas a partir de la emulsión C y el homólogo de aceite lavado es tan pequeña que no tiene importancia práctica.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una bebida transparente que tiene una turbidez de menos de 5 NTU, comprendiendo dicha bebida una emulsión de aceite en agua en donde el aceite es un aceite esencial, en donde dicha emulsión comprende un exceso de emulsionante de almidón de n-alquenil succinato a aceite esencial, en donde el almidón de n-alquenil succinato es almidón de anhídrido n-octenil succínico (nOSA), en donde el almidón de nOSA y el aceite esencial están en una proporción de entre 1,2:1 y 8:1 (% en peso) y en donde el aceite esencial comprende aceite cítrico.
- 10 2. Una bebida de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el aceite cítrico se selecciona de aceite de limón, aceite de lima, aceite de naranja, aceite de pomelo o aceite de tangerina, o cualquier combinación de dos o más de estos.
- 15 3. Una bebida de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, en donde la emulsión no comprende ningún emulsionante adicional.
- 20 4. Un proceso para fabricar la bebida transparente de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende las etapas de:
a) Preparar una preemulsión que tiene una fase oleosa y una fase acuosa, comprendiendo la preemulsión un emulsionante de almidón de n-OSA y aceite cítrico, en donde el emulsionante de almidón de n-OSA está en una cantidad en exceso en comparación con la cantidad de aceite cítrico;
b) Homogeneizar la preemulsión para obtener dicha emulsión de aceite en agua; y
c) Diluir dicha emulsión.
- 25 5. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 4, en donde la presión de homogeneización está entre 100 bar y 500 bar.
- 30 6. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 4 y 5, en donde la presión de homogeneización se aplica durante entre 1 y 3 pasadas.
- 35 7. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 6, que comprende además la etapa de almacenar la emulsión diluida durante un periodo de cuarentena de al menos 15 días.
8. Una bebida transparente de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 que tiene un índice de estabilidad entre 0,95 y 1, medido de acuerdo con el método descrito en la sección "Estabilidad de la emulsión" en la página 8 de la descripción.
9. Una bebida transparente de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 y 8 que tiene una tensión superficial de entre 0,03 N/m y 0,07 N/m (30 y 70 dinas/cm) medida de acuerdo con el método descrito en la sección "Tensión superficial" en página 10 de la descripción.

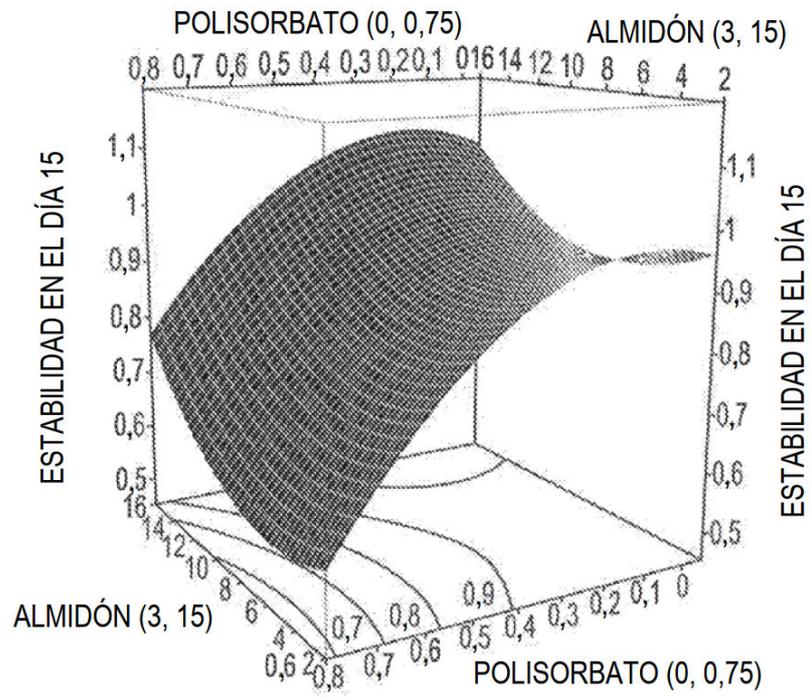


FIG. 1

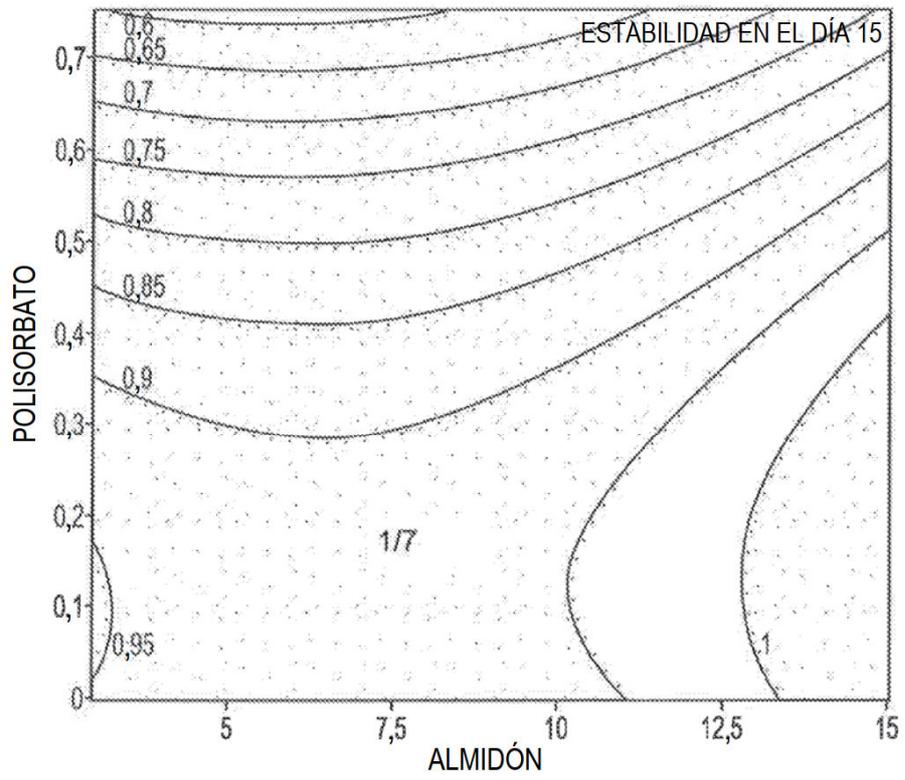


FIG. 2

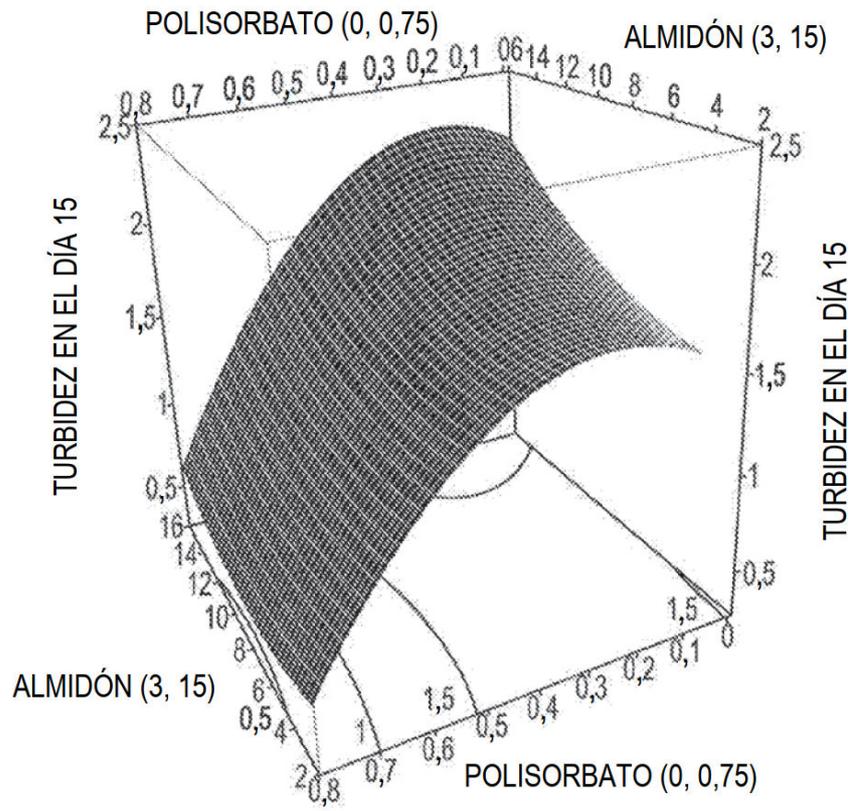


FIG. 3

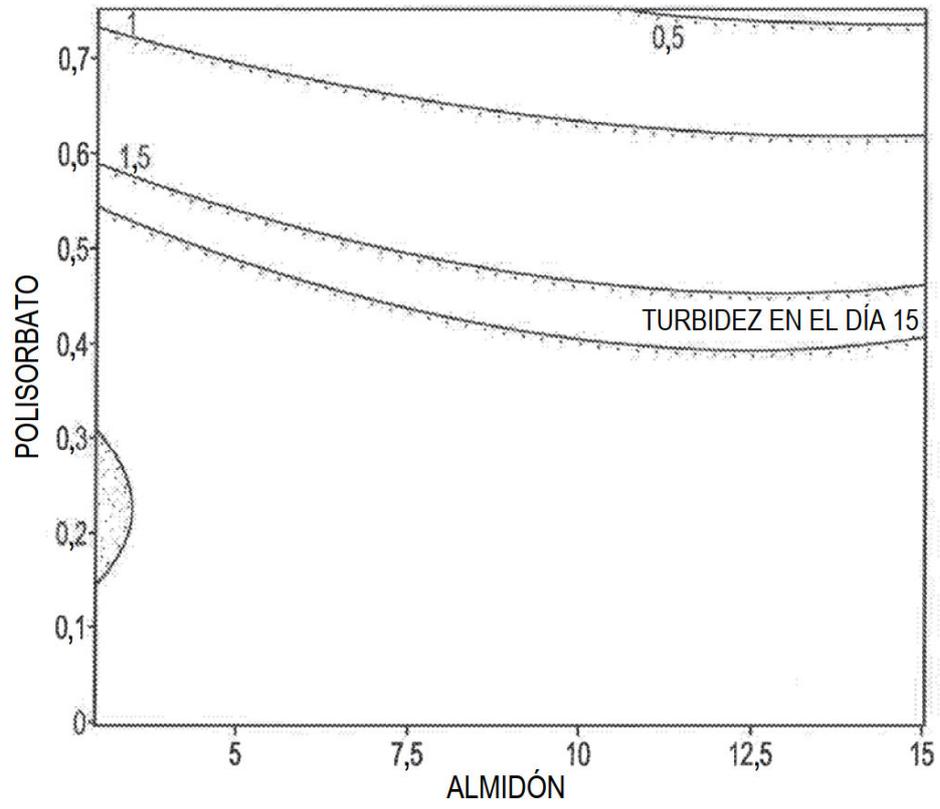


FIG. 4

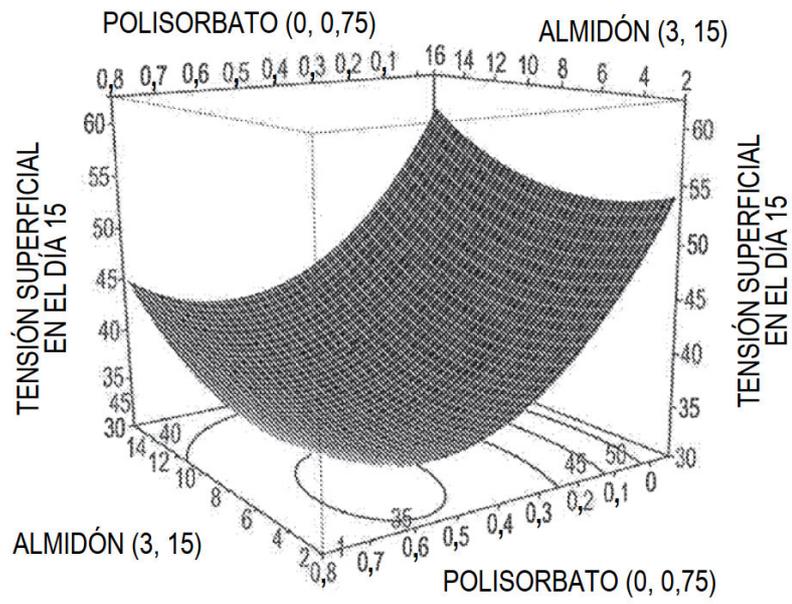


FIG. 5

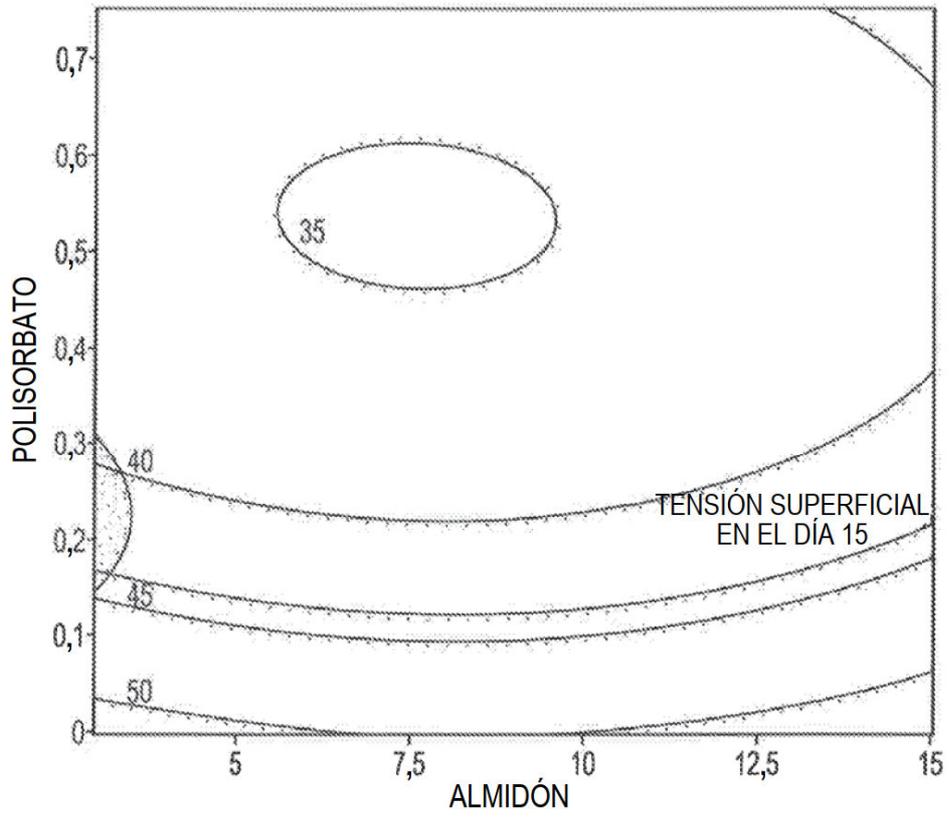


FIG. 6

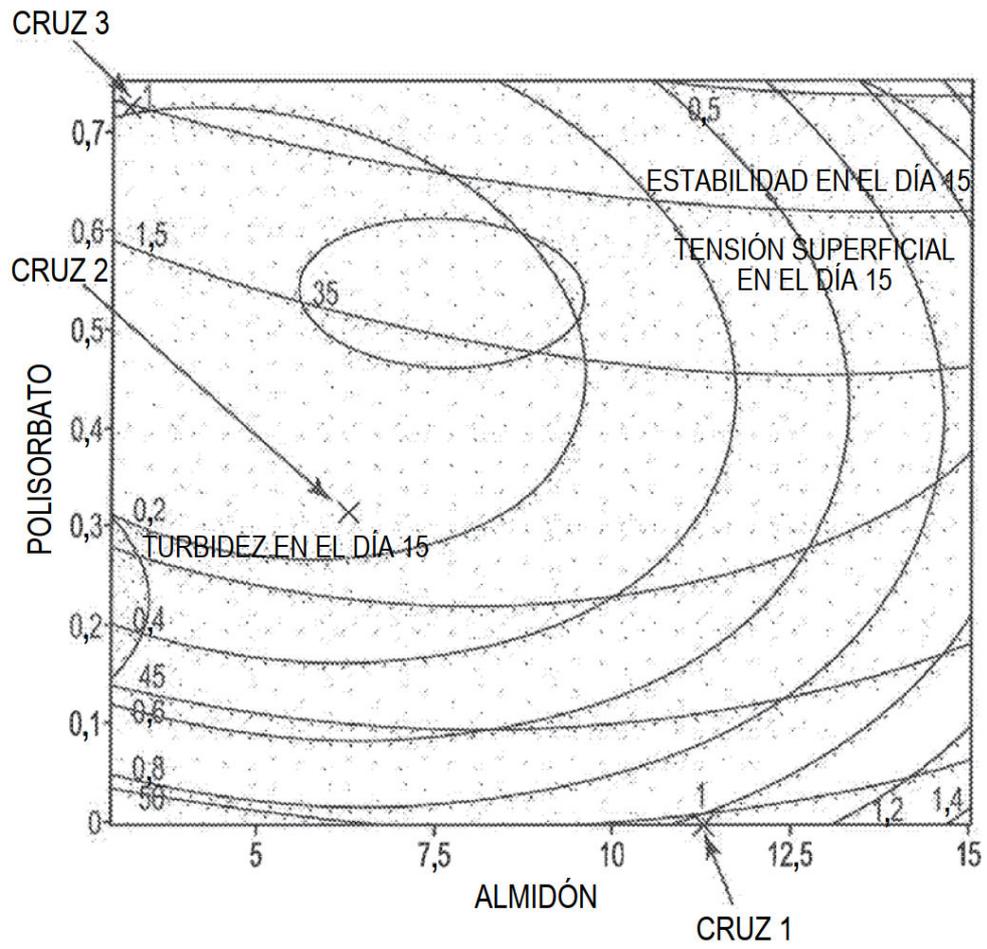


FIG. 7