

~~321343~~

321.343



321343

P A T E N T E  
D E  
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COMESTIBLES Y BEBIDAS  
CON SABOR Y AROMA A FRESA", a favor de la firma suiza FIRMENICH  
& CIE., residente en GINEBRA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de comestibles y bebidas con sabor y aroma a fresa, los cuales, junto con un aromatizante, se destinan a ser incorporados a comestibles o bien a bebidas, para comunicar a estas un sabor y aroma análogos a los de fresas.

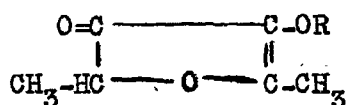
Se encontro que el 2,5-dimetil-3-hidroxi-4-oxo-4,5-dihidrofurano, un compuesto ya conocido (ver J.E. Hodgs y B.E. Fisher "The Structure of a Pseudoreductore from 1-Rhamnrose, 145, ACS-Mesting, Sep. 1963, Abstracts 3-9),



# 321343

- posee la especial propiedad de comunicar, con reducidas concentraciones, un pronunciado sabor similar al de fresa a comestibles y bebidas. Esta propiedad particular de dicho derivado del dihidrofurano, que no era conocida hasta ahora es el punto de partida para una nueva aplicación industrial de una sustancia conocida. Se encontro además, que derivados funcionales del 2,5-dimetil-3-hidroxi-4-oxo-4,5-dihidrofurano, especialmente aquellos cuyos grupos hidroxilo están esterificados con alquilos inferiores como metilo o etilo, poseen el mismo poder aromatizante, si bien algo más debilitado.

- El objeto de la invención es un procedimiento para preparar comestibles y bebidas con gusto y aroma de fresas, procedimiento que consiste en que a comestibles o bien bebidas que no tienen ni gusto ni olor a fresa, se agrega por lo menos, un compuesto de la fórmula



- en la cual R significa hidrógeno o un radical alquílico inferior o sustancia que puede formar tales compuestos en los comestibles o bien en las bebidas, como agentes que dan sabor a concentración reducida.

- En la presente descripción, el concepto "comestibles" se emplea en sentido amplio y debe incluir también, los condimentos.

El radical alquílico inferior señalado con R en la

321343

30 D



fórmula de estructura anterior, puede ser, por ejemplo, metilo o etilo.

5. Como sustancias capacitadas para formar agentes gustativos en los comestibles, o bien en las bebidas, pueden emplearse, por ejemplo, el 2,5-dimetil-3-acetoxi-4-oxo-4,5-dihidrofurano, que se transforma con relativa facilidad en el 2,5-dimetil-3-hidroxi-4-oxo-4,5-dihidroxifurano.

10. Bastan ya cantidades muy reducidas de sustancias gustativas, empleadas según la invención, para provocar los efectos del sabor deseado en los comestibles o bien en las bebidas. Estas cantidades pueden oscilar entre ciertos límites y están condicionadas por la naturaleza de los comestibles o bebidas que han de ser aromatizadas. El 2,5-dimetil-3-hidroxi-4-oxo-4,5-dihidrofurano puede ser usado en cantidades de 0,5 hasta 50 partes en peso sobre 1 millón de partes en peso de comestible, o bien de bebida. En la mayor parte de casos, se obtienen buenos resultados en la zona de 1 hasta 20 partes en peso de sustancia gustativa sobre 1 millón de partes en peso del comestible o bebida;

15. Se puede comunicar a comestibles y bebidas un sabor a fresa, más parecido aún al natural, si además del 2,5-dimetil-3-hidroxi-4-oxo-4,5-dihidrofurano se emplea el ácido alfa-metilbutírico y, eventualmente, un éster alquílico de este ácido, por ejemplo el éster metílico.

20. Se puede producir un aroma de fresa bastante parecido al natural, empleado, por ejemplo, una mezcla de 2,5-dimetil-3-hidroxi-4-oxo-4,5-dihidrofurano, ácido alfa-metilbutírico

25. Se puede producir un aroma de fresa bastante parecido al natural, empleado, por ejemplo, una mezcla de 2,5-dimetil-3-hidroxi-4-oxo-4,5-dihidrofurano, ácido alfa-metilbutírico

321343



y éster metílico del ácido alfa-metilbutírico, en la proporción de 25 a 20 a 30 partes en peso.

Para completar la obtención de un sabor a fresa pueden adicionarse sustancias gustativas complementarias. Se puede

5. emplear, por ejemplo 2,5-dimetil-3-hidroxi-4-oxo-4,5-dihidrofurano junto con, por lo menos, un compuesto de una, a lo menos, de las clases de sustancias siguientes:

- a) ácidos grasos inferiores, con preferencia, hasta 6 átomos de carbono, por ejemplo, ácido butírico, ácido dietilacético, 10. ácido alfa-metilbutírico, ácido n-valeriánico, ácido isovaleriánico, ácido isobutírico, ácido caprónico, etc.
- b) ésteres alquílicos inferiores de los ácidos citando en a), convenientemente, éster con alcoholes que contienen 15. hasta 6 átomos de carbono, por ejemplo los ésteres metílico, etílico, n-propílico, isopropílico, n-butílico, e isobutílico del ácido cinámico;
- c) ésteres alquílicos inferiores de ácido cinámico, de preferencia ésteres con alcoholes, que contienen hasta 6 20. átomos de carbono, por ejemplo los ésteres metílico, etílico, n-propílico, isopropílico, n-butílico, e isobutílico del ácido cinámico.
- d) lactonas de ácidos gamma- y delta-hidrocarboxílicos alifáticos, por ejemplo, con 8 a 12 átomos de carbono; y
25. e) aldehídos alifáticos, saturados o no saturados, por ejemplo, hexanal, hexeno-2-al, hexeno-3-al, etc.

321343



En la incorporación de sustancias que comunican sabor a los comestibles o bien a las bebidas, pueden realizarse según los métodos usuales de la industria de Perfumeria, especialmente con el uso de disolventes y diluyentes de sabor agradable, por ejemplo alcohol o triacetina, con objeto de diluir y repartir uniformemente las sustancias gustativas.

5. Todos los comestibles y bebidas que se saborean usualmente con aroma de fresa natural o artificial pueden ser perfumados según el procedimiento de la invención, por ejemplo, helados, cremas, dulces, artículos de confiteria, yoghurt, bebidas lácteas, jarabes, bebidas carbónicas, etc.

10. El 2,5-dimetil-3-hidroxi-4-oxo-4,5-dihidroxifurano, necesario para llevar a cabo el procedimiento según la invención y preparar el aromatizante, objeto del invento, se obtiene del modo siguiente:

15. Una mezcla de 100 g de monohidrato de ramnosa, 28,4 g de piperidina, y 43,7 g de ácido acético, se calienta en 100 cc de etanol absoluto, a 70° C, durante 24 horas. El producto de la reacción se extrae con éter. Desecando el extracto sobre  $SO_4Mg$  y concentrando, se obtienen 84 g de producto bruto. Este último se destila, recogiendo la fracción de 43 g que pasa entre 70 y 73°/0.005 mm de Hg. El producto cristalizado se racristaliza dos veces en éter. De este modo se obtienen cristales blancos de 2,5-dimetil-3-hidroxi-4-oxo-4,5-dihidrofurano, que funden entre 82 y 83° C.

20. El 2,5-dimetil-3-metoxi-4-oxo-4,5-dihidrofurano se obtiene del modo siguiente:

321343 30



Una solución de 5 g de 2,5-dimetil-3-hidroxi-4-oxo-4,5-dihidrofurano en 10 cc de metanol se trata con un exceso de diazometano etéreo. La reacción se efectúa al instante. Tras una hora se concentra la mezcla reaccional a presión reducida y el residuo se destila, Así se obtienen 3,1 g del éter metílico que hierve a 42° C./0,4 mm Hg.

El 2,5-dimetil-3-acetoxi-4-oxo-4,5-dihidrofurano puede prepararse como sigue:

0,25 g de 2,5-dimetil-3-hidroxi-4-oxo-4,5-dihidrofurano se disuelven en 5 cc de piridina absoluta y 0,3 cc de anhídrido acético. La mezcla reaccional se deja en reposo a 0° C, durante 24 horas y, a continuación, se concentra a 50° bajo presión reducida. Por destilación del residuo se obtienen 0,28 g del acetato, que hierve a 70° C/0,1 mm de Hg.

#### E J E M P L O 1

Con un litro de leche, 5 yemas de huevo y 250 g de azúcar fino se prepara un helado, hirviendo la leche, batiendo las yemas con el azúcar, añadiéndolas a la leche y continuando la ebullición a fuego lento hasta que la masa esté suficientemente espesa. Después de añadir el aroma, la masa se acaba elaborándola en la heladora.

Como aroma se usa un 0,5% de la solución de 2,5-dimetil-3-hidroxi-4-oxo-dihidrofurano en triacetina. Esta solución se aplica en la proporción de 200 g por cada 100 kg

321343



de masa de helado.

El helado concluido se dió a degustar a varios catadores que debían averiguar el gusto del helado. Todos los catadores apreciaron sin titubear un intenso gusto a fresa.

- 5. En los ejemplos siguientes se describen algunos aromatizantes que, además del 2,5-dimetil-3-hidroxi-4-oxo-4,5-dihidrofurano contienen aún sustancias gustativas adicionales. Con estos aromatizantes es posible obtener en comestibles y bebidas, un gusto aún más parecido al sabor natural de las fresas.
- 10.

T A B L A

	<u>Ejemplo 2</u>	<u>Ejemplo 3</u>	<u>Ejemplo 4</u>	<u>Ejemplo 5.</u>
DHOF	25	50	25	100
ácido caprónico	40	40		
15. butirato etílico	50	50		
ácido alfa-metilbutírico			20	20
butirato etil-alfa-metílico			30	30
triacetina	<u>885</u>	<u>860</u>	<u>925</u>	<u>850</u>
	1000	1000	1000	1000

- 20. DHOF = 2,5-dimetil-3-hidroxi-4-oxo-4,5-dihidrofurano.  
Los números de esta tabla significan partes en peso.

321343

321343

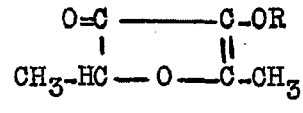


N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente suiza nº 16889/64 del 31 de Diciembre de 1964.

5. 1. Procedimiento para la preparación de comestibles y bebidas con sabor y aroma a fresa, caracterizado porque se incorporan como agentes gustativos en pequeña concentración, a comestibles o bien a bebidas, por lo menos, un compuesto de fórmula:

10.



en la que R representa hidrógeno o un radical alquílico inferior, o sustancias aptas para formar tales compuestos en los comestibles o bien en las bebidas.

15. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza como aromatizante, el 2,5-dimetil-3-hidroxi-4-oxo-4,5-dihidrofurano.

20. 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como agente gustativo se utiliza el 2,5-dimetil-3-metoxi-4-oxo-4,5-dihidrofurano.

4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como aromatizante, se utiliza el 2,5-dimetil-3-acetoxi-4-oxo-4,5-dihidrofurano, que en el comestible o



321343

321343

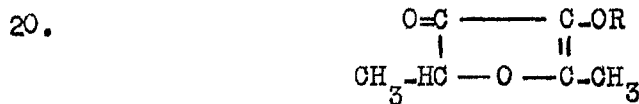
bien en la bebida se disgrega con formación de 2,5-dimetil-3-hidroxi-4-oxo-4,5-dihidrofurano.

5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el aromatizante se emplea en cantidades de 0,5 a 50, con preferencia de 1 a 20 partes en peso sobre cada millón de partes de comestibles o bien de bebida.

10. 6. Procedimiento, según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque como agente adicional que da sabor se emplea el ácido alfa-metilbutírico.

7. Procedimiento, según las reivindicaciones 1, 2 y 6, caracterizado porque como otro agente gustativo, se utiliza un éster alquílico inferior del ácido alfa-metilbutírico.

15. 8. Procedimiento para la preparación de comestibles y bebidas con sabor y aroma de fresa, caracterizado por incorporar en concentración reducida, como agente gustativo a comestibles o bien a bebida, por lo menos, un compuesto de la fórmula



en la que R representa un hidrógeno o un radical alquílico inferior, o bien una sustancia que puede formar tales compuestos en los comestibles o bien en las bebidas y, por lo

25. menos, un compuesto de, a lo menos, una de las clase de

321362

- 10 -

321343



sustancias siguientes:

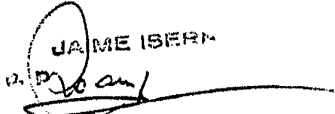
- a) ácidos grasos inferiores
- b) ésteres alquílicos inferiores de ácidos grasos inferiores
5. c) ésteres alquílicos inferiores del ácido cinámico
- d) gamma- y delta-lactona de ácidos hidroxicarboxílicos alifáticos.
- e) aldehidos alifáticos saturados o no saturados.

10. Procedimiento para la preparación de comestibles y bebidas con sabor y aroma a fresa.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de diez hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid a 30 de Diciembre de 1965

p.a.

JAME IBERIA  
  
firmado: JOSÉ RODRIGUEZ