



P A T E N T E

a favor de la

INTERNATIONALE NAHRUNGS-u. GENUSSMITTEL - AKTIENGESELLSCHAFT

por:

" Procedimiento para aislar del café tostado el aroma de café "

M e m o r i a   D e s c r i p t i v a

Son numerosos los trabajos practicados hasta ahora sin éxito para aislar el principio aromático del café tostado. Para aislar esta substancia aromática se han seguido hasta el presente los mas diversos caminos. El café tostado y molido era extraído con diferentes disolventes esperando obtener la substancia aromática por evaporación de los mismos. Asi procedieron Robiquet y Boutron (Pharm. Centralblatt 1837, pag. 410; Journ. de Pharm. 1837 Marzo 101-109) tambien trabajó según este método Cech (J. Ph. Ch. 22,395.1880). Este procedimiento sin embargo no está indicado puesto que estos disolventes solamente disuelven los principios aromáticos sino tambien muchos otros productos por ejemplo aceites y grasas cuya separación posterior es imposible. Especialmente resulta difícil separar de la substancia aromática, en parte muy volatil, las grandes cantidades de disolventes necesarias pa-



ra la extracción. Se ensayó también separar la substancia aromática calentando directamente al café en polvo (Lampadius Pharm. Centralblatt 1832, pag. 225. Erdmann's Journal XIII, 1-18, 164-166. 1832) procedimiento que no resulta adecuado puesto que los principios aromáticos son descompuestos en gran parte por las altas temperaturas y resultan impurificados por los productos de descomposición resultantes de calentar al café a temperaturas elevadas. La mayor parte de investigadores se aprovecharon para aislar los principios aromáticos del café de la observación de que estos son volátiles con el vapor de agua y ensayaron por consiguiente arrastrar a los mismos con el vapor de agua; así por ejemplo Payen (Compt. rend. 22,724 1846 y Compt. rend. 23,8,244 (1847). Annal. chim. et physi. (3) 26,108, (1849) destilaba una infusión concentrada de café y describe al aroma de café así destilado con el vapor de agua como un aceite. De los investigadores modernos son especialmente notables las numerosas investigaciones de Ernst Erdmann (Berichte der Deutschen Chem. Gesellschaft 35.184 1902) que trataba al café tostado por vapor de agua obteniendo por destilación el aroma del café. Según el mismo procedimiento trabajaron Grafe (Wiener Monatsch 33,1839; Chem. Centralblatt 1913 I (1051) y finalmente Bertrand y Weissweilwer (Compt. rend. 157, (I) 212 (1913); Chem. Centralblatt 1913 II,1146 Chem. Centralblatt 1914, I,789). Este procedimiento tampoco resulta indicado para la obtención racional del aroma del café puesto que deben ser empleadas cantidades de vapor de agua demasiado grandes y resulta luego prácticamente imposible la separación de las mismas de las relativamente pequeñas cantidades de principios aromáticos.

Ademas en las patentes inglesas No. 19.882 del año 1889 y 17.363 del año 1891 y en la patente francesa 321.981 se encuentran indicaciones para la extracción del aroma de café, calentando en el vacío el café tostado y molido. Los principios aromáticos del café son así desalojados concentrándose los vapores en refrigerantes enfriados por el agua, recojiéndose de esta manera en el recipiente el aroma del



café condensado. En la patente inglesa 17.363 se indica además que el recipiente debe encontrarse enfriado a unos  $20^{\circ}$  bajo cero.

Nuestras numerosas investigaciones acerca de la obtención y de la naturaleza de los principios aromáticos del café nos han demostrado que todos estos procedimientos citados no están indicados para aislar por completo las substancias aromáticas. Aun trabajando según el último de los procedimientos citados calentando al café en el vacío y enfriando en refrigerantes los productos destilados se pierden gran número de componentes que comunican al café su aroma especial y agradable y que son demasiado volátiles para poder ser recojidos en estas condiciones. Para conseguir aislar todas las substancias aromáticas es necesario después de desalojar a las mismas del café calentando a este en el vacío, enfriar a temperaturas mucho más bajas que las prescritas anteriormente es decir  $80^{\circ}$  bajo cero y aun hasta  $180^{\circ}$  bajo cero. Este nuevo procedimiento operatorio no podía ser tomado antes en consideración porque se carecía de orientación acerca de la composición del aroma del café, aceptándose sin otras consideraciones fundándose en las observaciones practicadas que los componentes importantes del aroma del café eran difícilmente volátiles así por ejemplo; E. Erdmann (Ber. 35,1846 (1902) dice que la substancia característica del aroma está constituida por un aceite incoloro nitrogenado que hierve a  $93^{\circ}$  a 13 mm. de presión. Empleando temperaturas extremadamente bajas para la condensación es posible obtener todas las substancias importantes para el aroma. Entre las substancias fácilmente volátiles que por los procedimientos antiguos no habían sido obtenidas citaremos; o. diquetonas alifáticas, como el diacetilo, aldehidos alifáticos como el acetaldenido y el metiletilacetaldenido que todos ellos contribuyen notablemente al aroma del café.

Se hubiera naturalmente podido pensar en disminuir la volatilidad de las substancias aromáticas desalojándolas del café bajo la presión atmosférica, en cuyo caso debería ser suficiente el enfriamiento con hielo o con agua para condensarlas. Pero en estas condiciones es necesario calentar al café a temperaturas elevadas y con ello



estas sustancias aromáticas sensibles son descompuestas en parte de manera que disminuye el rendimiento y sobre todo el aroma deja mucho que desear.

Por el nuevo procedimiento operatorio se consigue por el contrario desalojar los productos aromáticos completamente calentando al café en el vacío y condensarlos por enfriamiento de la manera indicada.

Al calentar en el vacío al café tostado, las sustancias aromáticas se desprenden junto con las pequeñas cantidades de agua contenidas en el mismo. La cantidad mas importante de agua se condensa naturalmente en el primer refrigerante enfriado por hielo mientras que las sustancias aromáticas mas volátiles pasan y quedan retenidas en los refrigerantes siguientes. Mezclando los productos obtenidos en los distintos refrigerantes se obtiene un aroma que es completamente igual al aroma del café puesto que contiene todos los componentes del mismo, lo que no era posible con los antiguos procedimientos puesto que como se ha dicho los elementos mas volátiles que son importantes para el aroma se perdian.

A fin de extraer por completo las sustancias aromáticas del café pueden introducirse en el aparato durante la extracción pequeñas cantidades de vapor de agua o bien pueden añadirse pequeñas cantidades de agua al aparato mezclandolas convenientemente. Es tambien posible proceder humedeciendo al café antes de calentarlo añadiendole por ejemplo 1-5 % de agua, calentandó luego en el vacío este café humedecido las sustancias aromáticas son desalojadas por completo y pueden ser recojidas en los refrigerantes. Antiguamente se habia ya previsto la introducción de vapor de agua o el calentar el café con agua para aislar las sustancias aromáticas, vease la patente inglesa No. 3437 (1879) y la 21019 (1890). Para la obtención completa de los componentes volátiles es preciso sin embargo tambien por este procedimiento enfriar a temperaturas mucho mas bajas que las necesarias para la condensación del agua, debiendose intercalar una vez condensada el agua por el hielo refrigeran-



tes enfriados a temperatura por bajo de  $20^{\circ}$ . bajo cero. Según las observaciones antiguas tampoco podía aquí preverse las ventajas de este nuevo procedimiento, puesto que según ellas debía admitirse que estas substancias aromáticas eran de mucho mas fácil condensación.

Finalmente es tambien posible proceder de manera que después de desalojadas las primeras substancias mas volatiles, en el vacío el café completamente seco es tratado de nuevo con una pequeña cantidad de agua extrayendolo de nuevo con lo cual se desaloja por completo todas las substancias aromáticas. Este procedimiento puede naturalmente repetirse varias veces.

La temperatura a la cual deba ser calentado el café para desalojar las substancias aromáticas depende naturalmente del vacío cuanta menor sea la presión existente en el aparato menor será la temperatura a la cual debe ser calentado el café. Los mejores rendimientos y calidad se obtiene trabajando a baja temperatura y bajo un buen vacío. Así por ejemplo con un vacío de 2-5mm. en el aparato es suficiente una temperatura de  $100-110^{\circ}$  para aislar las substancias aromáticas.

La separación ulterior de las substancias aromáticas separadas del café tostado y que han sido recogidas en los recipientes de los refrigerantes es fácil de conseguir sin alteración ni descomposición de las mismas, puesto que ellas deben unicamente ser separadas en este caso de pequeñas cantidades de agua. Se puede practicar la separación con pequeñas cantidades de disolventes de bajo punto de ebullición como eter, benzol, eter de petroleo, cloroformo, cloruro de metilo o de etilo, etc., puesto que de esta manera quedan en la solución acuosa productos que no tienen importancia alguna para el aroma. Los productos que constituyen el principio aromático del café pasan a los disolventes citados y pueden ser obtenidos de ellos por destilación. Con ello es posible la separación física o química de algunas substancias mezcladas y perjudiciales para el aroma, así por ejemplo por agitación repetida con agua o por tratamiento con una solución de sosa o de bicarbonato de sosa pueden separar-



se ácidos como el ácido acético que influyen sobre el olor y pueden con el tiempo destruir el aroma de café.

Las sustancias aromáticas pueden también ser separadas del agua por absorción con grasas o aceites. Estas grasas o aceites impregnados pueden ser inmediatamente empleados para los objetos que se citan a continuación.

Es también posible para la separación de las sustancias aromáticas procediendo de manera que los productos de condensación es decir la mezcla acuosa sea destilada eventualmente en corriente de vapor de agua. Para ello es de nuevo conveniente operar en el vacío. Las sustancias aromáticas pueden ser así fácilmente purificadas por una nueva destilación con vapor de agua en el vacío y ser separadas de impurezas insignificantes. Después de esta nueva destilación las sustancias aromáticas pueden ser separadas directamente del agua o bien por medio de los disolventes o de las grasas y aceites separadas de la fase acuosa.

Es finalmente posible combinar ambos procedimientos y desalojar únicamente por el vacío o por el vapor de agua o por el vacío y vapor de agua en recipientes enfriados las sustancias fácilmente volátiles y las difícilmente volátiles separarlas del agua por la acción de los disolventes o de las grasas o aceites.

Las sustancias aromáticas obtenidas por uno de los procedimientos indicados presentan según el modo como han sido obtenidas el aspecto de un aceite amarillento o parduzco de intenso olor a café tostado. Pueden ser empleadas directamente o después de mezcladas con disolventes orgánicos añadiéndolos a alimentos sólidos o líquidos a los cuales comunican el olor del café tostado. Para ello también puede ser empleado el producto obtenido en la condensación junto con el agua sin proceder a la separación previa. Finalmente pueden ser también empleados grasas y aceites cargados de la manera dicha de las sustancias aromáticas del café.

N O T A

Se reivindica como objeto de esta patente:



- 1) Un procedimiento para aislar el aroma de café del café tostado, calentando a este en el vacío, caracterizado porque para la condensación completa de las sustancias aromáticas así desalojadas se emplean temperaturas inferiores a  $20^{\circ}$ . bajo cero.
- 2) Forma de ejecución del procedimiento según la reivindicación 1, caracterizada por la introducción de vapor de agua durante el calentamiento en el vacío, o bien por la adición de pequeñas cantidades de agua mezclándolas convenientemente.
- 3) Forma de ejecución del procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el café tostado es mezclado antes de calentarlo con pequeñas cantidades de agua y únicamente después es calentado en el vacío.
- 4) Procedimiento para aislar del café tostado el aroma de café.

Barcelona 8 de enero de 1926.

P. A.

*Antoni Llopis i Llopis*