



341964

341964

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION.

Solicitante: UNILEVER N.V.

Residencia: Museumpark 1, ROTTERDAM, Holanda.

Enunciado: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA OXIDA-
CION NO ENZIMICA DE TÉ"

Prioridad: De la solicitud de patente estadouni-
dense n°. 559.062 del 21 de junio de
1.966.

ES.



341964

El invento se refiere a la preparación de té y extractos de té. Más particularmente, el invento se refiere a la oxidación de té, tal como té verde, y productos de oxidación respectivos, tal como té negro.

5

El té verde, según se emplea aquí el término, comprende hojas de té recién cogidas, las hojas que han sido recogidas y secadas inmediatamente, hojas de té que han sido sometidas a tratamiento térmico antes de la desecación con el fin de inactivar las enzimas contenidas en las mismas, y extractos acuosos de estas hojas. En cada caso, el té verde no ha experimentado sensiblemente ninguna oxidación o fermentación al estado "negro".

10

El té negro, por otra parte, se prepara de ordinario sometiendo las hojas de té recién cogidas a una serie de tratamientos que comprenden la extracción del jugo y arrollamiento de las hojas recién cosechadas, seguido de un proceso de oxidación enzimica (fermentación) en el cual se desarrollan las características de color, sabor y aroma del té negro. El proceso es interrumpido tras un periodo de tiempo apropiado "cociendo" las hojas de té para inactivar las enzimas que dan origen al proceso, y el té es secado. El grado de oxidación varía, en la práctica comercial, desde negro a diversas gradaciones entre negro y verde. Los té's parcialmente oxidados (fermentados) son conocidos como té's "colong". Los té's verde, colong y negro poseen cada uno distintas características de sabor, aroma y color.

15

20

25

El procedimiento de oxidación, según se ha indicado anteriormente, puede ser una oxidación enzimica. Las enzimas pueden derivarse del té objeto de tratamiento, o si éste ha sido ya tratado, por ejemplo térmicamente, de tal modo que las enzimas hayan sido eliminadas, pueden éstas derivarse de otra muestra de hojas de té verde (no tratadas) añadidas específicamente para proporcionar estas enzimas. Asimismo puede llevar a cabo el procedimiento de oxidación, en ausencia

30

341964



de acción enzimica, mediante un agente oxidante inorgánico tal como oxígeno gaseoso o disuelto o aire, o un compuesto rico en oxígeno tal como permanganato potásico.

5 El procedimiento de oxidación por fermentación se lleva a cabo generalmente en o en las proximidades de la zona de cultivo del té, y las condiciones del proceso varían de acuerdo con las condiciones locales climáticas y de costumbre. Como consecuencia de lo expuesto, los tés fermentados varían grandemente en calidad de color, sabor y aroma. Puede lograrse un mayor control y uniformidad de la oxidación utilizando un procedimiento de oxidación inorgánica.

10 El invento facilita un procedimiento para la oxidación de té, en el cual se oxida el té en presencia de un álcali acuoso a un valor pH superior a 7,5 aproximadamente en contacto con oxígeno molecular.

15 El valor pH es con preferencia superior a 8, y la temperatura 50°C a 130°C. El aire es una fuente conveniente de oxígeno molecular, y oxígeno puro o aire enriquecido de oxígeno pueden también utilizarse. El gas con preferencia es insuflado a través del álcali acuoso y el té objeto de tratamiento, y el oxígeno puede ponerse en contacto con el té bien como gas oxígeno o como oxígeno disuelto.

20 Los sólidos de té a oxidar pueden convertirse en solución antes o después de la oxidación alcalina, o ésta puede llevarse a cabo sobre una hoja de té humedecida con álcali. Así pues la conversión puede realizarse sobre una hoja verde para efectuar una sola fase de extracción y oxidación proporcionando una infusión de sólidos de té negro. Este extracto puede separarse después de la hoja, neutralizarse y prepararse en forma de té instantáneo negro. Otra modalidad consiste en añadir cantidades más pequeñas de una solución alcalina más concentrada a una hoja verde desecada de tal modo que la mayor parte de la solución alcalina es absorbida por la hoja, a un valor pH de al

341964



5 menos 7,5. Esta hoja humedecida puede convertirse después en presencia de un oxígeno que contenga gas y secarse a continuación para proporcionar una hoja negra que puede usarse en té en saquitos o a granel. Pueden añadirse pequeñas cantidades de un agente neutralizante después de la oxidación y antes o durante la desecación para reducir el valor pH de la infusión obtenida a partir de la hoja convertida. Asimismo, los sólidos de té solubles de la hoja oxidada pueden ser extraídos en agua y separados de la hoja para proporcionar un extracto acuoso del té oxidado.

10 El procedimiento puede aplicarse a la oxidación de un té verde, o de un té parcialmente oxidado, y puede continuarse hasta producir un té negro o ser interrumpido antes de completarse la oxidación para producir un té parcialmente oxidado o "colong".

15 La conversión de té verdes puede efectuarse en periodos de tiempo más cortos y en condiciones fácilmente controladas que producen una calidad uniforme en el producto final, incluso cuando se usan té de distintas procedencias.

20 Además, el té negro puede producirse a partir de té verdes que normalmente no serían apropiados para ser usados en la fermentación de té negro corriente a causa de una baja actividad enzimica o la falta de ciertos constituyentes requeridos para la fermentación.

25 Es una ventaja del invento efectuar la conversión de té verde sin el uso de enzimas, las cuales quedan inactivadas por el tratamiento térmico y facilitar además un procedimiento para la conversión de productos de té verde que se presta fácilmente a una operación continua. Además puede producirse un té negro instantáneo directamente a partir de té verde sin necesidad de llevar a cabo las fases del tratamiento adicional (tales como cocción y desecación) requeridas para la fabricación de té negro comercial, y el té negro puede tener los
30 matices rojos hallados en té negros obtenidos por fermentación enzimica.



341964

Aunque el valor pH de la solución es la característica importante para lograr el objeto del invento, hay que considerar también otras condiciones, tales como la temperatura, la concentración de oxígeno en el gas usado para la conversión, el tiempo, la agitación del sistema de reacción, y la concentración de los sólidos de té en el sistema acuoso.

Puede observarse un efecto coordinado de valor pH y tiempo de reacción al producir un grado deseado de conversión de té verde. Por los ejemplos y descripción aquí facilitados se apreciará que la temperatura, presión, concentración de oxígeno y concentración de sólidos de té influyen también en las condiciones deseables para producir un té verde convertido que posea buenas propiedades. Así pues, valores pH iniciales más elevados, más altas temperaturas o tiempos de reacción más largos generalmente producen un mayor grado de conversión a un producto de té negro. Concentraciones de oxígeno más elevadas o presiones asimismo más altas producen una conversión más rápida, o conversión a temperaturas inferiores o en un menor tiempo. Cuando se lleva a cabo el procedimiento utilizando más altas concentraciones de sólidos de té, entonces pueden requerirse tiempos de conversión más largos, temperaturas más elevadas, mayores presiones de oxígeno (o posiblemente las tres condiciones) u otros factores aquí tratados para efectuar un grado deseado de conversión.

La procedencia del té usado como material de partida es un factor a considerar al seleccionar las condiciones para la conversión. Un té puede requerir una combinación algo diferente de valor pH, presión, temperatura y tiempo, etc. que otro té. También pueden mezclarse té de diferentes procedencias a fin de promover la uniformidad del producto obtenido.

Puede utilizarse hidróxido potásico u otro álcali comestible apropiado para aumentar el valor pH de la oxidación. Después de ésta

341964



5 puede reducirse el valor pH del producto a 6,5-4,5, con preferen-
cia 5,5-5, mediante el uso de una resina trocadora de iones, elec-
trodiálisis, o la adición de cualquier ácido de grado alimenticio
bien conocido. El té, si está en solución, puede "aclararse" me-
diante la adición de una sal cálcica soluble, por ejemplo cloruro
cálcico, para precipitar aquellos sólidos de té que de otro modo
formarían una falta de claridad en el agua dura. Este precipitado
es separado después de la solución acuosa de sólidos de té.

10 Los siguientes ejemplos muestran a título de ilustra-
ción la forma en que pueden llevarse a cabo los procedimientos par-
ticulares según el presente invento. Los porcentajes expresados
son en peso a menos que se indique en sentido contrario.

Ejemplo 1

15 Se preparó un extracto en agua caliente de té verde co-
mercial japonés que contenía 4,8% de sólidos de té solubles. La so-
lución, que tenía un valor pH de 5,2, fue hecha alcalina añadiendo
con agitación 12,6% de hidróxido potásico (base de sólidos de té)
como solución al 45%. Esto aumentó el valor pH de la solución a
9,35. Se elevó la temperatura de la solución alcalina a 85°C y se
20 roció con aire a razón de 0,036 litro/min/gram de sólidos de té du-
rante 20 minutos. El aire fue inyectado en forma de pequeñas burbu-
jas a través de un tubo circular perforado colocado en la parte in-
ferior de la vasija de reacción mientras se agitaba el extracto a
un ritmo rápido. Después del rociado, el valor pH de la solución
25 era de 8,65. Se hizo descender la temperatura a 60°C y se redujo
el valor pH de la solución a 5,5 por adición al volumen de resina
trocadora de cationes (IR 120 H⁺, 52% H₂O). A continuación se aña-
dió 2,4% de CaCl₂.2H₂O (base de sólidos de té) y se extrajo el ma-
terial insoluble mediante centrifugación (a una gravedad de 6.700
30 veces) a 18°C. Esto se denomina "aclarado". La producción total

341964



fue de 91,5% sobre una base de sólidos de té solubles.

Esta solución de té verde "convertido", ahora de color de un extracto de té negro a una concentración de sólidos de té similar, fue concentrada al vacío hasta lograr un contenido en sólidos de un 45%. Se añadió una cantidad de maltodextrina igual en peso a los sólidos de té presentes y se secó al vacío una parte del material. El producto resultante, cuando fue disuelto en agua a intensidad de bebida, tenía el sabor de té negro y un color similar en rojez e intensidad a un té regular obtenido a partir de una hoja de té negro comercial de alta calidad. La solubilidad del polvo y la claridad de la solución a intensidad de bebida en agua dura y fría fueron excelentes.

Se mezclaron porciones del concentrado de té verde "convertido" que contenía las maltodextrinas descritas anteriormente a niveles de 25, 35 y 50% con 75, 65 y 50%, respectivamente, de un concentrado similar preparado a partir de un extracto de hoja de té negro que contenía asimismo maltodextrina. Estas mezclas de concentrados fueron secadas al vacío proporcionando polvos que poseían una solubilidad y claridad satisfactorias en agua dura y fría y un color y sabor similares a una bebida de alta calidad fabricada a partir de hoja de té negro comercial. El color y claridad de los productos mezclados y no mezclados se resumen en la Tabla I.

TABLA I

	<u>Productos de té</u>	<u>Color Klett</u>	<u>Indice claridad</u>
25	Verde convertido 100%	229	7
	Verde convertido 50% & Negro comercial 50%	238	8
	Verde convertido 35% & Negro comercial 65%	240	11,5
	Verde convertido 25% & Negro comercial 75%	240	9
30	Negro comercial 100%	241	7



341964

5 El color fue medido en un Colorímetro Klett preparando una solución de 0,14% de té instantáneo (0,07% de sólidos) en una solución compensadora (0,944% $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$; 0,858% $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) a un valor pH de 6,4 y a 25°C. Se utilizó un filtro de luz de 420 milimicras. El instrumento está calibrado contra un patrón dicromático.

10 La claridad fue medida en una solución de 0,7% de té instantáneo (0,35% sólidos) en agua dura sintética a 13°C utilizando un Colorímetro Klett con un filtro de luz de 660 milimicras. El agua dura sintética contenía 0,018% $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 0,015% MgSO_4 y 0,0062% NaHCO_3 . Tras efectuar la medida, la muestra fue centrifugada a una gravedad de 2000 veces y se determinó la absorbencia utilizando el mismo filtro. La diferencia entre las dos lecturas en unidades Klett es el índice de claridad.

15 Ejemplo 2

Fueron extractadas treinta libras (13,60 kg) de té verde cribado procedente del Japón produciendo un extracto que poseía un 4,8% de sólidos de té solubles y un valor pH de 5,2. Este extracto, a 40°C, fue transferido a una tetera abierta de camisa de vapor equipada con un tubo circular perforado situado en la parte inferior para rociar gas. Se hizo el extracto alcalino añadiéndole 9,3% de hidróxido potásico (como solución al 45%) basado en los sólidos de té presentes, aumentando de tal modo el valor pH a 9,2. A continuación se elevó la temperatura del extracto a 70°C y se roció oxígeno a través de la solución extractada a razón de 0,044 litro/min/gram de sólidos de té durante 20 minutos. Después se interrumpió el rociado y se redujo el valor pH de la solución (que era de 7,2 después del tratamiento de oxígeno) a 5,5 mediante adición al volumen de 360 grs. de resina trocadora de cationes (IR 120 H^+ , 63% H_2O). A continuación se extrajo la resina mediante cribado y se trató el extracto, ahora

20

25

30



341964

de color de té negro, con 2,4% $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (base sólidos de té), según se describe en el Ejemplo 1, para precipitar cierta fracción de los sólidos de té que de ordinario formarían una turbiedad con agua dura. Se extrajo el precipitado turbio centrifugando el extracto tratado a 15°C. El rendimiento total de sólidos de té solubles fue de 90,5%. Una parte de este extracto fue concentrada al vacío hasta obtener un contenido en sólidos de un 45%, se añadió una cantidad de maltodextrinas igual al peso de los sólidos de té y se secó al vacío esta solución. El polvo resultante era muy soluble en agua dura fría (12°C) y poseía un matiz rojo deseable y un sabor a concentración de bebida (0,7 gram/100 ml.) similar a un té regular hecho de hoja negra. Se mezclaron porciones del concentrado de té verde convertido mencionado que contenía maltodextrinas a niveles de 25, 35 y 50% con un concentrado hecho a partir de hoja de té negro comercial, como en el Ejemplo 1. Estas mezclas fueron secadas al vacío y probados los polvos disolviendo en agua dura fría (12°C) a una concentración de bebida de 0,7%. La solubilidad de los polvos y la claridad de las soluciones eran excelentes. Los productos que contenían sólidos de té verde convertido poseían un color similar a un té negro de alta calidad y un sabor indistinguible del producto instantáneo preparado enteramente a partir de hoja de té negro comercial. El color y claridad de los productos mezclados y sin mezcla se resumen en la Tabla II.

Tabla II

	<u>Productos de té</u>	<u>Color Klett</u>	<u>Indice claridad</u>
25	Verde convertido 100%	275	15
	Verde convertido 50% & Negro comercial 50%	256	7,5
	Verde convertido 35% & Negro comercial 65%	254	24
	Verde convertido 25% & Negro comercial 75%	250	22
30	Negro comercial 100%	240	20,5



341964

Ejemplo 3

Con el fin de investigar el efecto del valor pH sobre la conversión de extractos de té verde con oxígeno, se preparó una solución de 5,0% de sólidos de té a partir de un extracto seco y congelado de hoja de té verde. Después se ajustó el valor pH de la solución al nivel deseado añadiendo cantidades apropiadas de 4N.KOH. Las soluciones fueron calentadas a 70°C y rociadas después con 0,13 lt. de oxígeno por minuto por gramo de sólidos de té. Se continuó el rociado con oxígeno durante 15 minutos a 70°C. Se ajustaron después las soluciones a un valor pH de 5,0 a 70°C con resina trocadora de cationes, tras de lo cual fueron aclaradas con cloruro cálcico como en los ejemplos anteriores. Se concentraron las soluciones sobrenadantes, se añadieron maltodextrinas y se secaron al vacío las soluciones resultantes como en los ejemplos anteriores. Los resultados se ofrecen en la Tabla III.

TABLA III

<u>% KOH añadido</u>	<u>Valor pH tras adición KOH</u>	<u>Color Klett del producto</u>
0	5,5	166
4,2	8,0	194
10,4	9,0	231
15,8	10,0	472

Cuando se aumenta el valor pH de 9,0 a 10,0 se aumenta en un 100% el valor de color Klett. Es por tanto evidente que el valor pH al cual se ajusta la solución de té antes de ser tratada por oxígeno constituye un factor importante que afecta el color del producto final.

Ejemplo 4

En este ejemplo se demuestra el efecto del vapor pH sobre la conversión de té verde por oxidación aloalina con aire. Soluciones

341964



acuosas al cinco por ciento de un extracto seco y congelado de té verde japonés cribado fueron hechas alcalinas con varias cantidades de KOH. Estas soluciones fueron rociadas con aire durante 20 minutos a 70° u 85°C, mientras que otra fue calentada pero no rociada con aire. Después del tratamiento, las soluciones alcalinas fueron reajustadas a un valor pH de 5,5 con resina trocadora de cationes, aclaradas y desecadas en congelación. Los resultados se presentan en la Tabla IV.

TABLA IV

	<u>% KOH añadido</u>	<u>Valor pH inicial</u>	<u>Valor pH final</u>	<u>Temp C.</u>	<u>Color Klett</u>
10	9,5	8,5	8,6	85	130
	4,5	7,3	7,3	70	127
	6,5	7,7	7,7	70	150
	9,5	8,5	7,3	85	348
15	12,5	9,2	8,1	70	580

El primer grupo de valores es para la conversión sin rociado de aire. Los otros fueron rociados a 0,36 litros/min/gram.

Los rendimientos totales oscilaron aproximadamente de 87 a 95%. Cuando se aumentó el valor pH de la solución de té antes del tratamiento con aire, aumentó notablemente el color del producto. Los productos resultantes de la conversión a los niveles alcalinos más elevados (9,5 y 12,5%) tenían un matiz rojo deseable y realzado.

El bajo color del producto obtenido cuando se omitió el rociado con aire indica la importancia de la presencia de oxígeno en la conversión de té verde. Para demostrar una vez más el efecto del oxígeno sobre la conversión, se llevó a cabo un experimento en el cual se ajustó una solución al 5% de sólidos de extracto procedentes de té verde japonés cribado a un valor pH de 8,8 mediante la adición de 9,5% KOH y se calentó a 100°C. durante 40 minutos cubriéndola y rociándola con nitrógeno a fin de asegurar la exclusión completa del oxígeno. El



341964

valor pH de la solución descendió solamente a 8,5 durante la reacción. A continuación se ajustó a 5,5 con resina trocadora de cationos y se aclaró y desecó en congelación la solución resultante. El color del producto indicó que durante este tratamiento no se produjo sensible-
5 mente ninguna conversión de color; ni tampoco hubo ninguna alteración significativa del perfume y sabor del té verde.

Desde el punto de vista de economía, se prefiere generalmente el aire como agente oxidante, si bien pueden utilizarse gases que contengan más o menos oxígeno. Por lo común es importante la con-
10 centración de oxígeno en la solución de té al efectuar la conversión. Así pues, los factores y parámetros implicados en la transferencia de masa entre gas y líquido también afectan el grado de conversión, como por ejemplo la concentración de oxígeno en el gas de rociado, tamaño de las burbujas de gas, grado de turbulencia, etc.

15

Ejemplo 5

En este ejemplo se demuestra el efecto de variar el tiempo de tratamiento con aire. Una solución alcalina al 5% de té verde japonés cribado (Lote I) fue rociada con aire a 85°C a razón de 0,036 litro/min/gram. Se extrajeron porciones alicuotas a intervalos prede-
20 terminados y se ajustó el flujo de aire a fin de mantener en la solución la proporción original de aire a sólidos de té. Cada porción alicuota fue tratada en la forma descrita en los ejemplos anteriores. Se tomaron medidas sobre color Klett 420 m μ y "Tristimulus Colour". El método para medir los datos de color tristimulus para las soluciones de té fue de acuerdo con el procedimiento ordinario descrito en el
25 Instruction Manual Model V Colormaster (Manufacturing Engineering & Equipment Corporation, Warrington, Pa.). Las medidas de color tristimulus fueron hechas sobre soluciones de té al 0,35% preparadas en un agente compensador a base de fosfato de acetona al 5% (valor pH
30 6,4); la concentración se expresa sobre una base de sólidos de té.



341964

Las soluciones fueron filtradas a través de lana de vidrio con el fin de retirar cualquier partícula no disuelta con anterioridad a la medición. Los valores "a" procedentes de la medida más reciente, que es una medida de rojez, y los valores de color Klett se hallan presentes en la Tabla V:

TABLA V

	<u>Tiempo de reacción</u>	<u>Color Klett</u>	<u>Valor "a"</u>
	5	170	15,0
	10	214	31,8
10	15	268	38,0
	20	315	52,6
	30	315	61,6
	60	435	74,0
	90	510	96,6

Se observará que el valor "a" y el color Klett (420 m μ) aumentaron con el tiempo de tratamiento. Es evidente por tanto que el tiempo de reacción es un factor importante para controlar el grado de conversión y el color y matiz del producto final. Es de desear que se utilicen tiempos más cortos de reacción para obtener un producto de té incompletamente convertido, por ejemplo un producto comparable a las variedades Colong.

Ejemplo 6

En este ejemplo, se demuestra nuevamente el efecto de variar el valor pH, usando té de varias procedencias. Se prepararon varias partes alicuotas de soluciones de té verde al 5% a partir de cada uno de dos lotes de té verde japonés cribado (Lotes I y II) y de té verde de Formosa, calentándolas a 85°C, y se añadieron varias cantidades de álcali a cada porción alicuota (6,5 - 11,5% KOH). Se rociaron con aire las soluciones a razón de 0,036 litro/min/gram durante 20 minutos y a continuación se trataron según se describe anteriormente. Los

341964



resultados se hallan presentes en la Tabla VI.

TABLA VI

Verde Japón - I

	<u>%KOH</u>	<u>v/ pH inicial</u>	<u>v/ pH final</u>	<u>Color Klett</u>	<u>Valor "a"</u>
5	9,5	7,9	6,8	292	28,0
	10,5	8,1	7,0	315	31,0
	11,5	8,4	7,1	380	37,8

Verde Japón - II

	6,5	7,4	6,2	193	12,9
10	7,5	7,7	6,5	230	17,9
	8,5	7,9	6,8	238	19,1
	9,5	7,9	6,9	222	19,0
	10,5	8,2	7,0	284	26,5
	11,5	8,5	7,4	320	35,6

15

Verde Formosa

	9,5	9,3	7,4	240	20,6
	10,5	9,3	7,5	264	33,2
	11,5	9,3	7,6	272	36,8

20

Quando se aumentó la cantidad de álcali, aumentaron también la rojez e intensidad pero en una proporción ligeramente diferente para cada variedad de té verde. De lo expuesto se desprende que el valor pH del tratamiento puede ser ajustado para lograr un producto que posea el color y matiz deseados utilizando té verdes de diferentes procedencias.

25

Investigose el efecto de aumentar el tiempo de tratamiento a un valor pH más reducido y se comprobó que es necesario un valor pH de al menos 7,5 aproximadamente, y con preferencia superior a 8,0, para producir un grado práctico de conversión en un tiempo comercialmente factible.

30

Al producir cualquier producto que posea propiedades par-

341964



5 ticularmente deseadas, las condiciones de valor pH y tiempo de tratamiento son interdependientes, y estarán también afectadas por otras condiciones, tales como el tipo de té utilizado, la concentración de los sólidos de té en la solución, la temperatura, etc., según se demuestra posteriormente. Estas condiciones, sin embargo, pueden ser adecuadamente seleccionadas y controladas por los expertos en la materia para lograr el producto deseado.

10 Otros factores a tomar en consideración al tratar cualquier tipo particular de material para obtener un producto que posea las deseadas propiedades son la concentración de sólidos de té en la solución y la temperatura, cuyos efectos se demuestran en los siguientes ejemplos.

Ejemplo 7

15 Este ejemplo ilustra el efecto de variar la concentración de sólidos de té en solución. Se utilizó un extracto secado en congelación de té verde japonés cribado para preparar tres partes alícuotas de 500 grs. de soluciones de té verde a concentraciones de 5, 10 y 20% con un valor pH de 5,4. Cada porción alícuota fue calentada a 85°C y se añadió 12,5% (w/w) KOH, aumentando así el valor pH a 9,0. Se mantuvo la temperatura a 85°C mientras se rociaba con aire cada solución alcalina durante 20 minutos a razón de 0,9 litro/min. Las soluciones tratadas fueron ajustadas a un valor pH de 5,5 con resina trocadora de cationes. Las soluciones al 10 y 20% que habían sido tratadas fueron divididas en dos partes. Una parte fue diluida a 5% de sólidos con agua destilada y aclarada. La solución de té verde al 5% tratada fue también aclarada en forma similar. Las otras partes fueron aclaradas a las concentraciones originales de 10 y 20% respectivamente. Todos los materiales aclarados fueron desecados en congelación. Los resultados se presentan en la Tabla VII.

341964



TABLA VII

Concentración durante el tratamiento	5%	10%	20%		
Valor pH despues del tratamiento	7,8	8,1	8,2		
5 Concentración de la solución durante el aclarado	5%	5%	10%	5%	20%
% pérdida debido al aclarado	1,7	6,5	13,4	6,2	17,7
Color Klett (420 m μ)	335	335	315	400	292
10 Valor "a"	36,0	37,2	31,0	39,2	29,2

Los productos aclarados al 5% tenían valores "a" similares. El material aclarado al 10 y 20% tuvo elevadas pérdidas de turbiedad cremosa debidas al efecto de una mayor concentración. Estas elevadas pérdidas de turbiedad cremosa se reflejaron en los valores inferiores de rojo e intensidad (valores "a" y Klett, respectivamente) de los productos finales toda vez que la crema contiene una importante parte del color. Las pérdidas debidas al aclarado al 5% de sólidos estuvieron dentro de límites aceptables. Las pérdidas más elevadas de crema cuando se aclara a mayores concentraciones pueden superarse descremando a temperaturas más altas. Este ejemplo demuestra que la conversión puede llevarse a cabo a mayores concentraciones, proporcionando de tal modo obvias ventajas económicas y comerciales. Generalmente, las concentraciones preferidas de sólidos de té en el material inicial se hallan en los límites de 2-30%.

Ejemplo 8

Este ejemplo ilustra el efecto de variar la temperatura de tratamiento. Se calentaron soluciones al 5% de té verde japonés cribado y se mantuvieron a temperaturas de reacción determinadas durante el periodo de reacción. Se añadió 12,5% KOH, se rociaron con aire las soluciones alcalinas a razón de 0,036 litro/min/gram durante



341964

20 minutos y se aislaron los productos por procedimientos ordinarios. Los resultados aparecen en la Tabla VIII.

TABLA VIII

	<u>Temperatura °C</u>	<u>Valor pH inicial</u>	<u>Valor pH final</u>	<u>Color Klett</u>
5	25	9,1	8,3	286
	40	9,1	8,2	238
	55	9,1	8,1	266
	70	9,1	7,4	324
	85	9,1	7,4	303
10	100	9,1	7,8	309

15 Visiblemente el producto a 25° era negro verdoso, mientras que los productos de 40°, 55° y 70° eran naranja a rojo anaranjado; el producto a 85° era rojo y el producto a 100° muy rojo y claro. Es evidente que la temperatura junto con el tiempo y valor pH del procedimiento de conversión por aire pueden ajustarse para conseguir casi cualquier producto deseado. Las temperaturas preferidas se hallan comprendidas en los límites de 50 a 130°C para conversión dentro de un periodo de tiempo práctico. Por encima de los 100°C el sistema, por su puesto, debe mantenerse a presión.

20

Ejemplo 9

25 Se llevaron a cabo los siguientes experimentos para determinar el efecto de la presión sobre grados de reacción y productos a una temperatura de conversión superior a los 100°C. Se colocaron partes alicuotas (1 Kg) de una solución de té verde al 5% w/w que contenía 12,5% KOH en una vasija a presión y se caldearon a 115°C. El valor pH inicial era de $5,4 \pm 0,2$ y la adición de KOH lo aumentó a $9,1 \pm 0,1$. Las soluciones de reacción agitadas fueron sometidas a aire a presión (13 atmósferas por encima de la atmosférica) o a rociado por aire (justamente a una presión de dos atmósferas por encima de la atmosférica)

30 a razón de 0,036 litro/min/gram. Al término de la reacción, se ajusta-

341964



ron las soluciones a un valor pH de 5,5 con resina trocadora de ca-
tiones, se aclararon y desecaron en congelación.

5 En este grupo particular de experimentos el tiempo ne-
cesario para caldear la solución a 115°C fue aproximadamente de 2
horas. Para determinar el efecto de este periodo de caldeo sobre las
características del producto, fueron calentadas porciones de las so-
luciones alcalinas de té verde que contenían algo de oxígeno disuel-
to y agitadas de manera similar en un sistema cerrado justamente a
10 una presión de dos atmósferas por encima de la atmosférica (debida a
presión de vapor de agua) sin rociado de aire. Estas soluciones fue-
ron también ajustadas en su valor pH, aclaradas y desecadas en conge-
lación como las anteriores. Los resultados aparecen en la Tabla IX.

TABLA IX (a dos atmósferas)

Tiempo (min.)	Rociado	Valor pH final	Rendimiento %	Color Klett (420 m)	Valor "a"
15					
2	Si	7,7	90,3	193	22,3
2	No	7,8	89,5	145	14,2
5	Si	7,5	88,3	254	35,3
5	No	7,9	89,7	134	11,0
20					
10	Si	7,4	88,6	350	41,2
10	No	7,9	90,3	133	9,6
20	Si	7,4	88,8	294	36,8
20	No	7,8	90,4	154	14,5
			(a 13 atmósferas)		
25					
2	No	6,8	92,8	312	42,2
20	No	6,4	100,0	570	88,0

30 La crecida cantidad de oxígeno disuelto obtenida mediante
rociado de aire a dos atmósferas redujo notablemente el tiempo de re-
acción requerido para obtener valores "a" de 35-40. Las intensidades
totales de color (color Klett) a estos valores "a" eran similares a



las comúnmente obtenidas bajo las condiciones de conversión de aire a presión atmosférica y temperaturas más bajas. Las muestras que se calentaron en condiciones similares sin rociado de aire fueron convertidas a colores de té solo significativamente más claros que las muestras correspondientes rociadas con aire.

La reacción a 13 atmósferas durante 2 minutos proporcionó un producto con aceptables valores Klott y "a" y buenos rendimientos. Con un tiempo de reacción de 20 minutos a esta presión, los rendimientos fueron buenos, pero el color era demasiado oscuro. Sin embargo, este material puede usarse para ser mezclado con otros té.

Ejemplo 10

Este ejemplo ilustra el efecto de llevar a cabo la conversión de sólidos de té verde cocido a polvos de té instantáneo negro en presencia de todas las hojas de té verde; o sea, con la omisión de la fase de extracción de té verde previa al tratamiento de conversión descrito en el Ejemplo 1.

Muestras de té verde cocido del Japón con un peso de 150 gramos cada una fueron añadidas a 1,5 litros de agua destilada caliente ($73 \pm 2^\circ\text{C}$) que contenía diferentes cantidades de KOH según se representa en la Tabla X. Se agitó y aireó continuamente la mezcla rociándola con aire a razón de 1,8 litros/minuto según se describe en el Ejemplo 1. El proceso de conversión se dejó continuar 45 minutos durante cuyo tiempo se mantuvo la temperatura de la mezcla a $73 \pm 2^\circ\text{C}$. Al final del periodo de oxidación, la mezcla fue rápidamente caldeada a 100°C y filtrada. El valor pH del extracto resultante fue medido (ver Tabla X) y ajustado a un valor pH de 5,2 con resina trocadora de iones (IR 120, H^+) a 60°C . A continuación se aclaró el extracto usando 2,4% $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ sobre una base de sólidos de té como en el Ejemplo 1. Finalmente, los extractos fueron desecados en congelación y se examinaron los polvos de té instantáneo resultantes. Los resultados de las



pruebas realizadas sobre estos polvos de té instantáneo se facilitan en la Tabla X. Estos resultados demuestran que puede lograrse una conversión satisfactoria de sólidos de té verde cocido a té en polvo negro instantáneo bajo las condiciones descritas anteriormente.

5

TABLA X

	<u>KOH</u> <u>% en peso de</u> <u>té verde seco</u>	<u>Valor pH al comienzo</u> <u>de la oxidación</u>	<u>Valor pH al final</u> <u>de la oxidación</u> ^	<u>Rendimientos</u> <u>después del</u> <u>aclarado (%</u> <u>sólidos de té</u> <u>verde)</u>
10	6,0	9,1	7,8	30,4 (1)
	7,5	9,8	8,4	30,4 (2)

^ Todos los valores pH ajustados a 5,5 con resina trocadora de iones (IR 120, H⁺) antes desecación.

(1) Té color marrón rojizo claro; gusto té negro

15

(2) Té color marrón rojizo oscuro; gusto té negro.

Ejemplo 11

Este ejemplo ilustra la aplicación del procedimiento de conversión alcalina en la conversión de hoja de té verde cocido para uso en saquitos de té o como té negro a granel.

20

Se extendieron muestras de té verde cocido del Japón con un peso de 50 g cada una en bandejas esmaltadas hasta formar una capa de un espesor aproximado de 1/4 de pulgada (0,62 cm). La cantidad necesaria de KOH (ver Tabla XI) fue pesada y disuelta en 100 mililitros de agua destilada. Estas soluciones fueron rociadas lentamente sobre sus muestras respectivas de té verde cocido mientras las hojas eran agitadas. En estas condiciones los 100 mililitros de soluciones son completamente absorbidos por las hojas de té. Las bandejas fueron colocadas sobre un baño de vapor y mantenidas a 75°C durante 20 minutos mezolándolas continuamente. La hoja fue enfriada después a 25°C aproximadamente y ajustado el valor pH rociando una solución de HCl diluido

30



341964

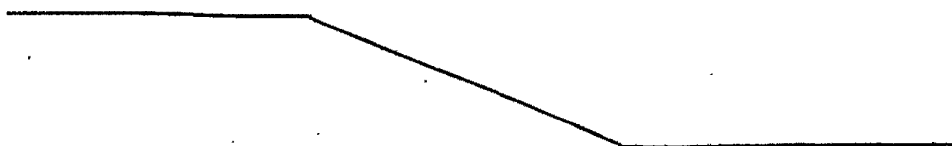
sobre la hoja en la medida requerida. A continuación la hoja fue congelada y desecada en congelación. Los datos analíticos y observaciones realizadas sobre estas muestras se hallan representadas en la Tabla XI.

5 Los resultados de este ejemplo muestran que puede lograrse una conversión satisfactoria de hojas de té verde cocidas a hojas de té negro utilizando los procedimientos descritos anteriormente.

TABLA XI

10	<u>Cantidad de KOH</u> (% en peso de té verde seco)	<u>Valor pH al comienzo</u> <u>del periodo de oxid.</u>	<u>Valor pH al final</u> <u>periodo oxidación</u>	<u>Descripción</u> <u>infusión</u> <u>preparada</u> <u>elaborando</u> <u>hojas de té</u> <u>desecadas</u>
15	0	5,5	5,5	Color muy verde; gusto amargo
	2,7	9,3	7,0	Color de té negro claro; gusto ligera- mente amargo
20	4,3	9,8	7,8	Color de té negro oscuro gusto de té blando (no amargo)

25 En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:



341964



REIVINDICACIONES

- 5 1. Un procedimiento para la oxidación no enzimica de té, caracterizado por el hecho de que el té es oxidado en un álcali acuoso a un valor pH de al menos 7,5 y con preferencia al menos 8 en contacto con oxígeno molecular preferentemente en forma de aire, oxígeno o una mezcla de aire-oxígeno y preferentemente insuflado a través del té alcalino a una temperatura comprendida entre 50 y 130°C.
- 10 2. Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la hoja a oxidar es humedecida con un álcali acuoso, y después de la oxidación la hoja es desecada para proporcionar un té oxidado seco.
- 15 3. Un procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de que después de la oxidación se añade un agente neutralizante al té oxidado para reducir su valor pH.
- 20 4. Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que los sólidos de té solubles se disuelven para formar una solución acuosa, antes o después de la oxidación, y se separan de la hoja de té extraído para proporcionar una solución acuosa de los sólidos de té.
- 25 5. Un procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado por el hecho de que la concentración de sólidos de té solubles en solución durante la oxidación se halla en los límites de 2-30% en peso.
- 30 6. Un procedimiento según las reivindicaciones 4 o 5, caracterizado por el hecho de que, después de la oxidación, se reduce el valor pH de la solución de sólidos de té oxidado a entre 6,5 y 4,5, con preferencia mediante el uso de una resina trocadora de iones.
7. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 4, 5 o 6, caracterizado por el hecho de que se añade una sal cálcica a la solución acuosa de los sólidos, y cualquier precipitado de com



341964

puestos cálcicos insolubles es separado de la solución de sólidos de té solubles.

8. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 4, 5, 6 o 7, caracterizado por el hecho de que la solución oxidada de sólidos de té es desecada para proporcionar un té seco en polvo.

9. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA OXIDACION NO ENZIMICA DE TE".

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de veintitrés páginas mecanografiadas.

Madrid, 17 de junio de 1967.

BERNARDO UNGRIA.
P.P.