

389042



P. - 47.294

B 17566

Case 1666

ICB (AMS)

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I.P.C.	
CLASE <u>A23</u>	<u>P07</u>
SUBCLASE <u>F</u>	<u>C</u>

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de GENERAL FOODS CORPORATION

entidad norteamericana

con domicilio en 250 North Street, White Plains, Nueva
York, Estados Unidos de América

por: "UN METODO PERFECCIONADO PARA PREPARAR UN AROMA SIN-
TETICO DE GAS DE MOLINO PARA CAFE"

(Clase Internacional A23f)

389042

13



La presente invención se refiere a la preparación del aroma normalmente presente cuando se muele café recién tostado, que se conoce como gas de molino, y a métodos para incorporar el aroma en café corriente y soluble. Aún más particularmente, la invención se refiere a un aroma sintético de gas de molino, producido haciendo reaccionar metil mercaptan y ciertos aldehídos y cetonas. El aroma sintético puede, o bien incorporarse en un vehículo o en café soluble, o emplearse en forma concentrada para aumentar el aroma de productos de café.

En el campo de la mejora del sabor y el aroma, ha sido practica general como mejoradores compuestos y composiciones aislados sintéticos y naturales. El aumento o mejora del aroma, particularmente del aroma del café, es extremadamente complejo, ya que los sabores y aromas individuales contienen literalmente cientos de compuestos, cada uno de los cuales produce en cierto grado un impacto organoléptico. En general, el conocimiento de una composición o compuesto de aroma específicos no permite predecir otros compuestos y combinaciones útiles ya que compuestos de estructura muy diferente pueden producir el mismo carácter o nota de sabor o aroma, mientras que compuestos de estructura similar difieren en sabor frecuentemente de modo apreciable. Durante muchos años, los técnicos en café han buscado un aroma para mejorar el café, que produjese el aroma que se nota normalmente cuando se muele café recién tostado. Este aroma se conoce comúnmente como gas de molino.

Muchos de los sabores y aromas empleados hoy -



día se derivan directamente del café, tales como el -
aceite de café tostado, fracciones de aroma de café --
tostado volátiles al vapor de agua, y similares. Aún -
cuando estas sustancias aumentan el sabor del café so-
5 luble y dan un aroma deseable, no son del tipo que po-
dría caracterizarse como gas de molino. Los aromas de -
café sintéticos, tales como los descritos en la Patente
de los EE.UU. Nº 1.696.419, se han empleado también pa-
ra aumentar el sabor y aroma globales del café mezclan-
do compuestos que se sabe existen en el café. No obstan-
10 te, como en el caso de la patente antes citada, estos -
aromas no podrían caracterizarse como aromas de gas de
molino, sino más bien son un intento de aumentar el sa-
bor y aroma totales del café empleando una única compo-
15 sición añadida.

La experiencia ha establecido que al tratar -
de aumentar el sabor del café, bien con aromas y sabo-
res naturales o preparados sintéticamente, es mejor em-
plear composiciones específicas para obtener un resultado
20 específico que combinarlas formando un mejorador global
del café. Esto se debe a que la combinación de aromas y
sabores diferentes tiene en general poca estabilidad de
almacenamiento. En el momento en que el producto de café
se consume, los aromas se han alterado, bien químicamen-
25 te y/o físicamente, en tal grado que, o bien no se obtie-
ne mejora alguna; o, en algunos casos, se observa una -
reducción en la demanda del consumidor.

La complejidad de la aromatización del café y
las dificultades en obtener un aroma estable han conduci-
30 do a los investigadores a buscar una única composición -

389042



5 que se incorporase en el café produciendo un aroma de -
gas de molino. Los intentos hechos para recoger gas na-
tural de molino a bajas temperaturas han demostrado ser
inútiles, a causa del elevado coste del equipo de con-
densación y a la poca estabilidad de la escarcha de gas
de molino condensado. Se han hecho intentos similares -
de reproducir sintéticamente el aroma de gas de molino,
y también se han encontrado serios problemas de estabi-
lidad de almacenamiento.

10 Se ha comprobado ahora que puede conseguirse -
una mejora del sabor por adición de una cantidad peque-
ña pero efectiva de una mezcla de reacción que contiene
hemi-mercaptales y hemi-mercaptoles, incorporados si se
desea en un vehículo.

15 Por tanto, la invención proporciona un gas de
molino para café, que contiene un hemi-mercaptal y un -
hemi-mercaptol producidos a partir de metil-mercaptano
y una mezcla de al menos un aldenido y al menos una ce-
tona.

20 La mezcla de reacción se prepara preferiblemen-
te poniendo en contacto metil-mercaptano con un exceso
molar de una mezcla de compuestos de carbonilo. Para --
asegurar el mejor efecto, la mezcla ha de incluir aceto-
na, acetaldehido, butiraldehido, y alcano alfa-dicetona
inferior.

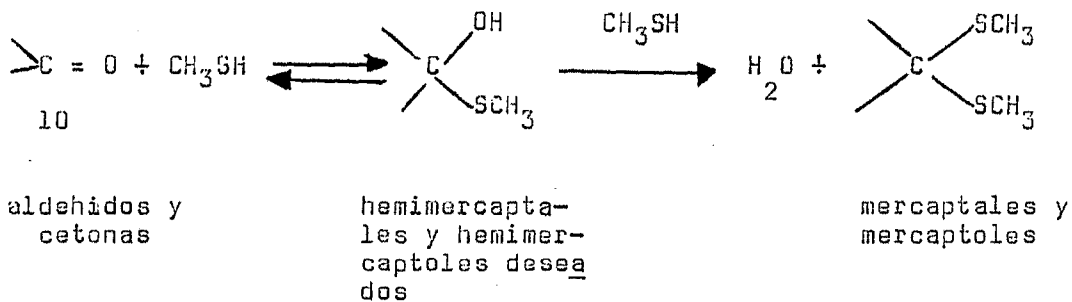
25 Los compuestos individuales se mezclan y des-
pués se dejan llegar al equilibrio en un tiempo definido
para producir el aroma deseado que contiene hemi-mercap-
tal y hemi-mercaptol.

30 El metil-mercaptano es el único mercaptano --



que produce el aroma deseado de gas de molino cuando -
se hace reaccionar con los compuestos de carbonilo an-
teriores.

Los aromas de esta invención se preparan por
5 medio del siguiente proceso:



15 El metil-mercaptano es el único mercaptano -
que produce el aroma deseado de gas de molino cuando se
hace reaccionar con los anteriores compuestos de carbo-
nilo. Los mercaptanos superiores no reaccionan con los
carbonilos en grado apreciable en un sistema no catali-
20 zado. La presencia del mercaptano sin reaccionar da co-
mo resultado una mezcla de mal olor que es indeseable -
a cualquier concentración. El empleo de catalizadores -
ácidos para favorecer la reacción da, en pocos casos, -
productos que son deseables en el café, pero en ningún
25 caso da el aroma deseado de gas de molino. La presencia
del catalizador favorece la formación del mercaptal y -
el mercaptol, que usualmente tienen un aroma picante o -
de menta.

Aún cuando el sulfuro de hidrógeno en propor-
30 ciones muy pequeñas puede contribuir inicialmente a un

389042



371

aroma deseable de gas de molino, influye de modo importante en la estabilidad de almacenamiento del aroma, y no puede emplearse por esta razón.

5 Las proporciones de los reaccionantes han de elegirse de modo que favorezcan la formación de los hemimercaptales y hemimercaptoles deseados, y que se evite tanto la disociación a los materiales de partida como la formación del mercaptal o mercaptol. La disociación es indeseable porque el mercaptano libre tiene un
10 aroma desagradable y perjudicial, y está disponible para reaccionar con el hemimercaptal o hemimercaptol que queda para formar el mercaptal o mercaptol no deseables. Los resultados deseados se obtienen empleando un exceso molar de compuestos de carbonilo con respecto al mercaptano. La estabilidad de almacenamiento deseada puede --
15 conseguirse usualmente con una proporción de 3:1. No obstante en la formulación de aromas bien equilibrados, se ha comprobado que en general es ventajoso trabajar -- en el intervalo de 20:1 a 50:1. Es interesante hacer no
20 tar que la concentración requerida de sabor total por copa de bebida es, en general, directamente proporcional a esta proporción.

25 El aroma se prepara poniendo en contacto metilmercaptano con un exceso molar de los compuestos -- específicos de carbonilo, es decir, acetona, acetaldehido, butiraldehido y alcano-alfa-dicetona inferior.

30 El isovaleraldehido, aunque no es necesario -- para un aroma estable y de sabor intenso, puede incorporarse para dar al gas de molino un sabor y aroma ligeramente mejor equilibrado. Otros aldehidos y cetonas,



aunque pueden reaccionar, no suponen una mejora evidente con respecto a la formulación de gas de molino de esta invención, y en algunos casos perjudican a sus características de sabor, aroma y estabilidad. El butiraldehído preferido para su empleo en la formulación de esta invención es el isobutiraldehído.

En la composición de esta invención ha de emplearse una alcano-alfa-dicetona inferior, generalmente los miembros de inferior número de átomos de carbono, tales como 2,3-butanodiona ó 2,3-pentanodiona. Aunque pueden emplearse mezclas de dicetonas, se prefiere emplear una única dicetona, particularmente la 2,3-butanodiona.

Si se desea, pueden añadirse a la mezcla otros aditivos, tales como sulfuro de dimetilo y piridina, pero no toman parte en la reacción, y no son críticos para la formación de aroma de gas de molino.

La mezcla de reacción final se encierra herméticamente y se almacena a bajas temperaturas para evitar la oxidación del metil-mercaptano, las cetonas y los aldehídos libres que quedan sin reaccionar. Si se desea, el aroma puede almacenarse en cualquier vehículo en el que el aroma sea estable. El almacenamiento puede ser en aceites tales como el aceite de café, en vehículos secos tales como el café soluble, en disolventes apróticos tales como la triacetina, y en dióxido de carbono líquido, o en otros vehículos comestibles reconocidos por la técnica.

La mezcla de reacción final, o aroma de gas de molino, se añade a los productos de café a una con-

389042

13 MAR 1951



centración de aproximadamente 0'1 a 10 mg, por taza de
café soluble que tiene 1'35% de sólidos. Usualmente son
suficientes aproximadamente 0'5 mg. a 6 mg. de aroma -
por taza. La selección de una buena concentración de aro-
5 ma para el café mejorado particular es una cuestión de
rutina para una persona conocedora de la técnica.

Aunque se añade a café elaborado o en infusión
para su evaluación experimental inicial, el aroma puede
incorporarse en productos de café comerciales tales como
10 café tostado y molido, café secado por congelación, café
secado por pulverización, café elaborado o similares, tan-
to descafeinado como no descafeinado, por cualquier méto-
do adecuado reconocido en la técnica. Por ejemplo, el -
aroma puede incorporarse a aceite de café u otro vehícu-
15 lo comestible, y ser pulverizado sobre café soluble an-
tes de su envasado. Puede incorporarse a café soluble --
mezclando al aroma con extracto de café y después secan-
do por pulverización, secando por congelación, o fijando
de otro modo el aroma en una parte o en todo el producto
20 de café seco recuperado. Alternativamente, el aroma pue-
de incorporarse en un gas licuado, tal como dióxido de -
carbono, fluorocarbonos o similares, y colocarse en el -
tarro de café soluble o en el bote de café corriente in-
mediatamente antes de cerrarlo herméticamente. Este últi-
25 mo método es deseable cuando se desea un aroma de gas -
de molino inicialmente intenso cuando se abre el envase.

El aroma de gas de molino se prepara mezclando
metil mercaptano y los compuestos de carbonilo, es decir
acetona, acetaldehído, outiraldehído y una alcano-alfa-
30 dicetona inferior, a una temperatura de aproximadamente



5 50°C. a aproximadamente 40°C. La temperatura no es crítica, pero se obtiene buen aroma en este intervalo de temperaturas. La mezcla de reacción se mantiene en el intervalo de temperatura durante un período de tiempo suficiente para alcanzar el equilibrio y desarrollar el aroma, generalmente 10 minutos por lo menos. La reacción puede efectuarse en un disolvente si se desea, bien polar o no polar.

10 La invención se ilustra por medio del siguiente ejemplo específico de la preparación de aroma de gas de molino, pero no está limitada por el mismo. Se observará que pueden hacerse varias adiciones y modificaciones sin apartarse del objeto de la invención.

15 EJEMPLO

20 Los ingredientes individuales se sacan del almacenamiento en congelador, y se introduce la cantidad deseada de cada uno, con una pipeta, en una ampolla enfriada por medio de hielo seco y otro refrigerante. Una vez añadidos todos los ingredientes, la ampolla se cierra, se agita y la mezcla se almacena en un refrigerador.

25 El aroma de la mezcla combinada se somete a ensayo añadiendo varias gotas de la misma a aceite mineral y evaluando después el aroma, y/o por adición a una bebida de café, y probándolo.

La tabla siguiente es un resumen de formulaciones típicas de gas de molino de esta invención:

389042

389042



Ejemplo	Acetona	Acetalde- hido	idina	>C=O total	Relación de >C=O a MeSH
I	0.62	1.05	--	1.84	23:1
II	0.62	1.05	--	1.84	23:1
III	0.33	1.43	002	1.89	47:1
IV	0.53	.91	004	1.65	24:1
V	0.48	1.27	002	1.86	46:1
VI	0.56	.96	004	1.64	20:1
VII	0.75	1.07	005	1.95	24:1
Intervalo	0.6-30	2-50	--	3-90	3:1- 90:1

* 2,3-butanodiona

** 2,3-pentanodiona

389042

-2



El gas de molino de esta invención es estable y tiene un aroma similar al café tostado recién molido. Está exento de malos olores y sabores no deseables, y es un excelente mejorador del sabor y olor para productos de café.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, con fecha 10 de Marzo de 1.970, bajo el número 18.296, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

1ª.- Un método perfeccionado para preparar un aroma sintético de gas de molino para café mediante la formación de un producto de mercaptano, caracterizado porque metil-mercaptano es hecho reaccionar a una temperatura de 50°C

389042



a 40°C con un exceso molar de compuestos de carbonilo que comprenden una mezcla de acetona, acetaldehido, un butiraldehido y una alcano α -dicetona inferior para producir un hemimercaptal y un hemimercaptol.

5 2ª.- Un método según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el exceso molar es de 3 a 90 moles de compuestos de carbonilo por mol de metil-mercaptano.

10 3ª.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque el butiraldehido es isobutiraldehido y la dicetona es 2,3-butanodiona.

 4ª.- Un método según una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado porque se añade también al gas de aroma resultante uno o más de isovaleraldehido, sulfuro de metilo y piridina.

15 5ª.- Un método según una cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizado porque se añade también al aroma resultante un vehículo o excipiente comestible.

 6ª.- Un método perfeccionado para preparar un aroma sintético de gas de molino para café.

20 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

389042



Esta Memoria consta de trece hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

-2 JUL. 1973

Madrid,

P.A.

ALONSO DE MENDOZA
[Handwritten signature]

26-6-73

LFG.