

437045

21 MAYO 1975

P.- 60.254

2 31309  
CASE IO 2230 etc.

Int. Cl.: A23F

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION

a nombre de GENERAL FOODS CORPORATION

entidad norteamericana

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

por: "UN METODO PARA PRODUCIR UN MATERIAL DE AROMA DE CAFE"

16-5-75

BAD ORIGINAL

Esta invención se refiere a un método para producir un material de aroma de café.

5 Esta invención está relacionada con la publicación de Patente francesa N° 73 39 391 en donde se describe un método para condensar los gases aromáticos expulsados durante la trituración de café recientemente tostado en un intercambiador de calor de pared raspada, verticalmente montado, el cual se enfría por medio de nitrógeno líquido. Los gases condensados se recogen en el fondo del intercambiador de calor en la forma de un congelado o nieve, y este congelado se mezcla con un glicérido líquido y puede después combinarse con un extracto de café antes de secar el extracto (v.gr. secado por congelación) o combinarse con un polvo de café soluble.

10

15

El gas del molino que es el gas que se libera del grano del café entero tostado cuando se rompe su estructura de celda interna, tal como durante el molido del grano y que también continúa desprendiéndose del grano roto y/o fracturado durante un período corto después, ha sido reconocido en la técnica como el aroma de café natural altamente deseado. La recolección y la estabilización de este aroma ha probado ser sin embargo, una empresa difícil, especialmente cuando se desea para emplearse en un sistema de café soluble de un tamaño comercial.

El empleo de gas del molino como medio para mejorar el aroma de recipiente de un polvo de café soluble se describe en la Patente de los Estados Unidos No. 3,021,718 de Clinton y otros, que aromatiza el espacio superior del recipiente, y la Patente de los Estados Unidos No. 2,306,061, de Johnston que condensa los aromáticos del gas del molino en polvo de café soluble enfriado. El empleo de los condensados de gas del molino que se agregan a un extracto líquido y se secan a fin de producir un aroma de taza mejorado cuando se disuelve el polvo en agua caliente, se describe en la Patente de los Estados Unidos No. 3,244,892 de Clinton y otros, que homogeneiza el aceite de café en extracto y después se agregan los aromáticos del gas del molino, condensado. El congelado de gas del molino condensado puede mezclarse con un glicérido líquido, la cual mezcla se procesa después para se-

parar el agua en exceso tal como mediante centrifugación, antes de cambiarse con sólidos de café soluble (v.gr. polvo soluble).

La adición de los aromáticos condensados a un material de glicérido es un método conocido para intentar estabilizar los aromáticos. Los glicéridos tales como el aceite del café, los aceites vegetales de sabor suave y la triacetina han probado ser especialmente útiles para este propósito; sin embargo, pueden también utilizarse otros aceites y grasas de punto de fusión bajo. Se ha deseado, sin embargo, aumentar a un máximo la cantidad de aromáticos que se fijan en el portador de glicérido, ya que esto reducirá a un mínimo la pérdida de aroma y reducirá la cantidad de glicérido que se incorporaría con el producto de café soluble para obtener una cantidad deseada de aromatización.

De conformidad con la invención, se prevé un método para producir un material de aroma de café que puede agregarse a los sólidos de café, en donde se condensa un congelado que contiene aroma con un contenido de dióxido de carbono de un gas que contiene aroma, el congelado se coloca en un recipiente a presión y se pasa en contacto bajo presión mientras que el recipiente se aísla de la atmósfera según glicérido líquido en la cantidad de 1 g. de glicérido a de 0.5 a 6 g. de congelado, la presión se libera a un régimen que evita la formación de dióxido de carbono líquido y se recupera un material

de glicérido que contiene aroma de café.

Preferiblemente, la presión es de por lo menos  $7 \text{ kg/cm}^2$  absolutos para obtener o mantener el glicérido en un estado líquido, el recipiente se eleva preferiblemente en cuanto a temperatura a por lo menos la temperatura ambiente (esta es,  $15.5^\circ\text{C}$ ). en una modalidad preferida, la temperatura interna del recipiente se eleva a más de  $31^\circ\text{C}$ ., más adecuadamente de  $33^\circ$  a  $49^\circ\text{C}$ .

Los contenidos pueden mantenerse bajo presión durante por lo menos una hora. En la modalidad más usual, se colocan juntos el congelado y el glicérido en el recipiente antes de que se suministre calor. El calor puede suministrarse para proporcionar una presión interna de por lo menos  $49 \text{ kg/cm}^2$  manométricos y una temperatura interna mayor que la temperatura de congelación del glicérido. La presión se libera usualmente a un régimen que mantiene el glicérido en un estado líquido. Puede suministrarse calor mediante un baño de agua.

El procedimiento de esta invención utiliza el principio de licuefacción para incrementar la absorción de los componentes de aroma y sabor contenidos en un congelado gaseoso, mediante un glicérido líquido o licuado. El procedimiento de esta invención es adecuado para fijar los aromáticos contenidos en un gas que lleva aroma, el cual tiene un contenido elevado de dióxido de carbono (v.gr. de más de 80% en peso), y el cual gas se ha condensado como un congelado que lleva aroma.

Esta invención se describe particularmente en términos de gas de molina de café; sin embargo, se entiende que pueden emplearse similarmente otros gases que llevan crema, los cuales tienen un contenido de dióxido de carbono elevado, tal como el gas de ventilación del filtrador de café y el gas del tostador de café, y se considera que están dentro del alcance de esta invención. El procedimiento, el cual puede considerarse como una operación intermitente simple en un recipiente de presión individual o como una operación a contracorriente, semicontinua, en una serie de recipientes a presión, elimina la necesidad del complejo laboratorio del congelado gaseoso y el glicérido líquido licuado. Esta operación de mezcla ha probado ser problemática en operación comercial, ya que el contacto entre el congelado condensado y el glicérido escoge rápidamente el glicérido haciendo de esta manera muy difícil el mezclado uniforme de los dos componentes. Si la mezcla se deja calentar a un punto en donde existe el glicérido como un líquido, muchos de los aromáticos condensados, desecables, evaporarán a la atmósfera.

De conformidad con una modalidad de esta invención, el congelado de dióxido de carbono que lleva crema, el cual puede obtenerse de un intercambiador de calor de superficie, raspada, enfriado con nitrógeno líquido, se coloca en un recipiente a presión junto con un material glicérido a una relación de gramos de congelado a gramos de glicérido de aproximadamente 0.5:1 a 1:1. El recipiente se sella de la atmósfera, y los con-

tenidos del recipiente se suministran continuamente con calor por medios tales como una chaqueta de agua. El calor se suministra en cantidades suficientes para elevar la temperatura del glicérido sobre su punto de congelación, preferiblemente los contenidos del recipiente a presión alcanzarán por lo menos la temperatura ambiente. A medida que se incrementa la temperatura del congelado de dióxido de carbono, se desarrolla una fase de dióxido de carbono gaseosa de presión incrementada, y la temperatura se incrementa sobre aproximadamente  $21^{\circ}\text{C}$ ., convirtiéndose el dióxido de carbono condensado restante de una fase sólida a una fase líquida. A medida que la temperatura de los contenidos del recipiente excede del punto de congelación del glicérido, los aromáticos se disuelven rápidamente en el glicérido líquido. Puede ser deseable mantener los contenidos del recipiente a una temperatura particular sobre el punto de congelación del glicérido a fin de alargar en una hora o más el tiempo de contacto entre el glicérido líquido y los aromáticos. En la modalidad en donde la formación de  $\text{CO}_2$  líquido es específicamente evitada, la temperatura de los contenidos se eleva a más de  $31^{\circ}\text{C}$ . La agitación de los contenidos del recipiente tal como por ejemplo por medio de un agitador interno, puede también ser deseable a fin de incrementar la absorción de aromáticos por el glicérido líquido. Ha probado ser también benéfico el regular la cantidad de congelado que se coloca en el recipiente junto con el glicérido en un nivel en donde

no existirá fase de  $\text{CO}_2$  que lleve aroma, licuado, a la temperatura a la cual los contenidos del recipiente se elevan finalmente; sin embargo, será muy deseable producir una fase de gas saturada dentro del recipiente. Puede ser deseable el evitar una fase de  $\text{CO}_2$  que lleve aroma, líquido, ya que algunos de los aromáticos pueden ser más solubles en la fase de  $\text{CO}_2$  líquido que en la fase de glicérido líquido.

Alternativamente, en lugar de colocar el glicérido en el recipiente al mismo tiempo que el congelado (esto es, antes de que se suministre alguna calor al recipiente), sería posible permitir que el congelado dentro del recipiente se calentará, digamos sobre el punto de congelación del glicérido antes de que el glicérido se coloque dentro del recipiente.

Al procedimiento de esta invención puede conducirse como una operación intermitente simple en un recipiente a presión individual, o como una operación a contracorriente, acuí continua, en una serie de recipientes a presión.

Después de que el congelado y el glicérido dentro del recipiente alcanzan la temperatura deseada, preferiblemente aproximadamente la temperatura ambiente y posiblemente después de un período de mantenimiento, la presión dentro del recipiente se libera lentamente, preferiblemente isotérmicamente, teniendo cuidado de evitar que la temperatura descienda por debajo del punto de congelación del glicérido. Se encuentra que el glicérido resultante contiene más del doble de la cantidad

de aromáticos obtenidos del mezclado manual de los dos componentes, a presión atmosférica. El glicérido aromático normalmente se procesará entonces para separar el agua en exceso, tal como por ejemplo mediante centrifugación.

Generalmente, poniendo en contacto el coagulado gaseoso y el glicérido dentro de un recipiente a presión, aislado, según se describió anteriormente, ha probado ser un método deseable para incrementar el nivel de los aromáticos fijos en el glicérido. Sin embargo, algunas temperaturas y presiones finales descritas en la presente (v. gr. 21°C., y 39.8 kg/cm<sup>2</sup> manométricas) permiten la presencia de dióxido de carbono líquido. Las condiciones que permiten la presencia de CO<sub>2</sub> líquido dentro del recipiente a presión, también permiten que algunos aromáticos del gas del molino se disuelvan en la fase de CO<sub>2</sub> líquido de conformidad con las condiciones de división de equilibrio con base en las relaciones de complejo entre las presiones de vapor, las solubilidades, y el potencial químico. Cuando se ventila un recipiente a presión que contiene una fase de CO<sub>2</sub> líquido que lleva aroma, casi todos los materiales orgánicos deseables disueltos en el CO<sub>2</sub> líquido, se destilarán y se perderán en el gas de ventilación, y aunque este gas de ventilación puede recircularse al sistema se perderán aromáticos deseables.

De esta manera, en una modalidad se provee un procedimiento basado en las propiedades críticas del dióxido de -

carbón que elimina la fase de  $\text{CO}_2$  líquido, y permite que los compuestos aromáticos adicionales se disuelvan en las fases restantes presentes en el recipiente (este es, agua, glicérido líquido y  $\text{CO}_2$  gaseoso).

La eliminación de  $\text{CO}_2$  líquido, que es un buen solvente para los compuestos no polares o ligeramente polares es deseable, ya que éste competirá con la fase de glicérido líquido para muchos de los aromáticos deseables tales como mercaptanos y aldehídos de cadena larga. Ya que el  $\text{CO}_2$  líquido no puede existir sobre la temperatura crítica de  $31.1^\circ\text{C}$ ., esta medida requiere que ocurra el contacto entre el congelado y la fase de glicérido líquido dentro del recipiente a presión a una temperatura superior a  $31.1^\circ\text{C}$ ., preferiblemente en la escala de aproximadamente  $52.7-48.9^\circ\text{C}$ ., y que el recipiente se ventile después lentamente, preferiblemente isotérmicamente de manera que no se formará  $\text{CO}_2$  líquido.

El glicérido aromatizado que es por sí mismo un material comercial puede almacenarse o puede combinarse con sólidos de café ya sea en la forma de un café soluble, seco, tal como mediante recubrimiento por nebulización convencional o cualesquiera de las técnicas descritas en la Patente de los Estados Unidos No. 3,769,032, o con un extracto similar al café o de café, líquido, antes de secar el extracto. El glicérido aromatizado puede solidificarse tal como mediante congelación y triturarse tal como mediante molienda antes de mezclarse con el polvo de café soluble o antes de combinarse con un extracto de café líquido o un extracto de café engrasado.

do, tal como se describe en la Patente de los Estados Unidos comúnmente conocida No. 3,809,778, o una plancha parcialmente congelada de extracto de café tal como se describe en la solicitud de Patente de los Estados Unidos copendiente, comúnmente conocida No. 3,809,766.

La fuente más fácilmente disponible de gas de nitrógeno puede obtenerse mediante equipo de mollienda de café encapuchado o alojado, tal como las molinos comerciales. Los gases liberados del café molido pueden separarse mediante una bomba o soplador giratorio; adicionalmente, cuando se desea, puede utilizarse una corriente de gas, preferiblemente exento de humedad, inerte, para barrer el gas del café y para que la operación de mollienda tenga lugar en una atmósfera substancialmente inerte. Dicho procedimiento se describe en la Patente de los Estados Unidos No. 2,136,717 que describe un método para recoger gases desprendidos durante el tostado pero que puede aplicarse igualmente a la recolección de gases desprendidos durante la mollienda o ruptura celular del grano de café recientemente tostado, entero. Si se emplea bombeo, puede ser deseable enfriar el gas más allá de la bomba, de manera que el calor agregado por el bombeo no deteriorará los aromáticos contenidos en el gas.

La composición química del gas desprendido es en gran parte dióxido de carbono (este ox. de nitrógeno de 90% en peso) junto con vapor de agua y los constituyentes aromáticos carac

terísticas del café tostado. La cantidad de humedad en el gas puede hacerse disminuir mediante el empleo de grano verde de baja humedad, de condiciones de tostado secas y de medios de enfriamiento o enfriados de baja humedad. El gas desprendido se hace pasar preferiblemente a través de un primer condensador en donde se enfría a entre 1.6 y 10°C., y en donde se separan cantidades substanciales de agua. El gas de humedad relativamente baja se alimenta después a un condensador tal como un intercambiador de calor de pared rasgada, verticalmente montado, enchagnetado, el cual se enfría por medio de un refrigerante de gas licuado.

Preferiblemente, el condensador se enfría por medio de nitrógeno líquido y el gas que fluye al intercambiador se mantiene dentro de la escala de aproximadamente 28.3 a 141.5 litros por minuto, por cada 0.09 metros cuadrados de superficie de intercambio de calor. El gas nitrógeno que se desprende del sistema enfriamiento es útil como una corriente de gas inerte que pudiera utilizarse en cualquier parte del procedimiento de café soluble tal como un gas de sellado de barrido del molino, o un empaque de gas inerte del producto de café soluble.

El gas que lleva el aroma se condensa en la forma de un congelado a medida que entra en contacto con la pared de transferencia de calor del condensador. El congelado se separa de la pared del condensador y se recoge para contacto

subsecuente con una fase de glicérido líquido. El congelado puede mantenerse durante un período corto a temperaturas bajas, tales como la del nitrógeno líquido, sin deterioro; sin embargo, se prefiere combinar inmediatamente el congelado con un glicérido, de conformidad con esta invención. El glicérido, el cual preferiblemente es un aceite de café o un aceite vegetal de sabor suave, tal como aceite de semilla de algodón, de maíz o de coco, se combina con el congelado a un nivel de aproximadamente 0.5 a 6 g. de congelado por gramo de glicérido, preferiblemente a de aproximadamente 1 a 4 g. de congelado por g. de glicérido.

De conformidad con esta invención, el contacto entre el congelado de gas del molino y la fase de glicérido líquido ocurre en un recipiente a presión. La cantidad de gas de molino agregada es normal, de manera que se evita una fase de vapor de  $\text{CO}_2$  insaturado. Se agrega calor al congelado dentro del recipiente, tal como por ejemplo, por medio de una chaqueta de agua a de 21.1 a 29.4°C. para sublimar el congelado del gas del molino y formar una presión en el espacio superior. En una modalidad preferida, la chaqueta de agua está a de 37.2 a 48.9°C. para formar una presión en el espacio superior que excede de 74.8 kg/cm<sup>2</sup> absolutos (31°C.). A aproximadamente 5.2 kg/cm<sup>2</sup> absolutos, el  $\text{CO}_2$  sólido cambia de fase, a líquido. La temperatura que corresponde a este cambio de fase es de -36.67°C. (específicamente 56.68°C.). En este estado, el agua y

cualquier glicérido presente y algunos de los aromáticos orgánicos están en el estado sólido. La temperatura de los contenidos del recipiente, se eleva a un punto sobre el punto de congelación del glicérido, preferiblemente e aproximadamente la temperatura ambiente, en el cual estado, los aromáticos del gas del molino se difundirán y establecerán un equilibrio entre las fases de  $\text{CO}_2$ , de glicérido y de agua que permanecerán presentes dentro del recipiente a presión. En una modalidad, deben evitarse las temperaturas que excedan de aproximadamente  $25^\circ\text{C}$ ., ya que puede resultar la degradación de los aromáticos del café. El calentamiento rápido de los contenidos del recipiente sobre el punto de congelación del glicérido puede ser deseable a fin de incrementar el período durante el cual está presente el glicérido líquido. La presión final desarrollada en el recipiente debido a la congelación debe exceder de  $7 \text{ kg/cm}^2$  manométricas,  $49 \text{ kg/cm}^2$  manométricas a fin de licuar una porción significativa de los aromáticos evaporados y prevenir que algunos de estos aromáticos licuados se disuelvan en el glicérido. Después de que los contenidos del recipiente han alcanzado la temperatura deseada y posiblemente después de un período de equilibrio de varias horas, la presión se libera lentamente, preferiblemente en una forma tal que el glicérido se mantenga en un estado líquido. De conformidad con esta invención, se piensa que la más preferida es la ventilación isotérmica. Ya que el gas de ventilación puede contener aromati-

cos deseables, sería posible recircular o regenerar los aromáticos del gas de ventilación.

Según se mencionó previamente, un aspecto crítico de una modalidad es la eliminación del  $\text{CO}_2$  líquido, que es un buen solvente para muchos aromáticos. La elevación de la temperatura de los contenidos del recipiente sobre  $31^\circ\text{C}$ ., preferiblemente entre aproximadamente  $33.2^\circ\text{C}$ . y  $48.0^\circ\text{C}$ ., la temperatura crítica del  $\text{CO}_2$  líquido evita la existencia del  $\text{CO}_2$  líquido y, consecuentemente, los aromáticos adicionales se repartirán a distribuirse entre las tres fases restantes de agua, glicérido y  $\text{CO}_2$  gaseoso.

El recipiente puede mantenerse en condiciones de  $\text{CO}_2$  superiores a las críticas, durante un período de tiempo que exceda de una hora, para lograr equilibrio y para aumentar a un máximo la absorción de aromáticos por la fase de glicérido líquido. Posteriormente, como antes, el recipiente se ventila lentamente, teniendo cuidado de evitar la formación de  $\text{CO}_2$  líquido. La ventilación puede conducirse ventilando el recipiente a través de una sección de tubería de diámetro pequeño, cuya longitud proporcionará un descenso de presión suficiente para evitar un descenso rápido de presión dentro del recipiente. Preferiblemente, la ventilación se realizará isotérmicamente.

El gas de ventilación contendrá por lo menos un nivel bajo de aromáticos y, por supuesto será nuevamente posi-

de recircular o regenerar estos aromáticos.

Según se mencionó ya, la formación de  $\text{CO}_2$  líquido puede causar problemas. Como un método alternativo o un método adicional a aquel ya descrito para resolver el problema particular, puede proporcionarse un reflajo después del recipiente a presión.

Esta modalidad describe un procedimiento en donde el recipiente a presión está conectado directamente tal como a través de una ventilación abierta con una columna empacada - en la parte superior y un condensador parcial colocado sobre la columna. Se colocará un regulador de flujo de gas o de presión aguas arriba del condensador y usualmente servirá como medio para aislar el recipiente a presión de la atmósfera. De esta manera, en lugar de ventilar el recipiente a presión directamente a la atmósfera en donde se perderán los aromáticos, el  $\text{CO}_2$  hirviendo pasa a través de una columna empacada en la cual el  $\text{CO}_2$  líquido se pone a reflajo, del condensador parcial. Al contacto en la columna entre el  $\text{CO}_2$  gaseoso y el  $\text{CO}_2$  líquido en reflajo enriquece la fase líquida en aromático. A medida que se incrementa la concentración de aromáticos en la fase de  $\text{CO}_2$  líquido dentro del recipiente a presión, por lo menos una porción de estos aromáticos pasará a la fase de glicérido líquido. De esta manera, mediante esta técnica, puede fijarse dentro del glicérido un nivel más elevado de aromáticos.

Durante la liberación de presión, el condensador -

línea y pone en reflujo una porción de los gases que contienen aroma (principalmente  $\text{CO}_2$ ) que escapan del recipiente a presión y regresa el condensado al recipiente, a través de la columna empacada.

En la ilustración anexa se muestra, en sección transversal, un recipiente a presión equipado con medios para reflujo a presión elevada, y también exhibe las facas múltiples que pueden existir dentro del recipiente.

Con referencia al dibujo, la figura exhibe un aparato adecuado para una operación intermitente de esta invención, mostrando la figura el estado que existiría en equilibrio con los contenidos del recipiente a presión 1, a aproximadamente  $21.1^\circ\text{C}$ , y a una presión de aproximadamente  $59.8 \text{ kg/cm}^2$  absolutos. El recipiente a presión 1 está rodeado por una chaqueta 2 de agua, y el recipiente se provee con una salida que comunica directamente con una columna 3 empacada. El condensador parcial 4, está preferiblemente adaptado para flujo a contracorriente de un medio de transferencia de calor líquido tal como agua o salmuera a de  $-1.1^\circ\text{C}$ , a  $4.4^\circ\text{C}$ . Un regulador de presión 5 controla la salida del gas del sistema y puede consistir de una válvula de paso o cierre total, individual, y un tubo de diámetro pequeño o un tubo capilar que proveerá un descenso de presión suficiente para evitar un descenso rápido de presión dentro del recipiente.

Los contenidos del recipiente se encuentran en cuatro fases distintas incluyendo una fase 6 de agua inferior, - una fase 7 de glicérido líquido, una fase de  $\text{CO}_2$  líquida 8, y una fase 9 saturada de  $\text{CO}_2$  gaseoso.

Otros métodos para llevar a cabo el método de la invención, son:

(A) Después de que se coloca el congelado en el recipiente, el recipiente se aísla y los contenidos se dejan calentar a un punto en donde se desarrolla una presión de aproximadamente  $7 \text{ kg/cm}^2$  manométricas (aproximadamente  $-47^\circ\text{C}$ ., con base en el  $\text{CO}_2$  puro). El  $\text{CO}_2$  líquido se deja después evaporar ventilando el recipiente y controlando la presión en - aproximadamente  $7 \text{ kg/cm}^2$  manométricas. Una vez que se separa una presión substancial de  $\text{CO}_2$ , el recipiente se aísla nuevamente y los contenidos se calientan sobre el punto de congelación del glicérido, preferiblemente a aproximadamente la temperatura ambiente. Debe obtenerse una presión final de 14 a  $25 \text{ kg/cm}^2$  manométricas. Después con el glicérido presente y - preferiblemente después de un periodo de mantenimiento, esta - presión se libera lentamente.

(B) Después de que se coloca el congelado en el - recipiente, el recipiente se aísla y se le suministra calor (v. gr. un baño de agua a  $21.1-23.0^\circ\text{C}$ .). La presión se deja - elevar a un punto entre  $3.25$  y  $8.4 \text{ kg/cm}^2$  manométricas, ventilándose entonces rápidamente el recipiente a  $3 \text{ kg/cm}^2$  manométricas.

tricos. El recipiente se aísla repetidamente, se somete a presión interna y se ventila hasta que la acumulación de presión residual es menor que  $7 \text{ kg/cm}^2$  manométricas, en el cual punto, el recipiente se deja calentar a aproximadamente la temperatura ambiente. Posteriormente, con el glicérido presente, el recipiente se ventila completamente. Este procedimiento parece disminuir a un mínimo la cantidad de compuestos volátiles que escapan del recipiente con el  $\text{CO}_2$ , cuando se libera la presión. Durante la ventilación rápida debe suministrarse calor para expandir el gas, y este calor se suministrará casi totalmente en forma adiabática, con el resultado de que se enfría el congelado de gas del molino, los compuestos volátiles contenidos en el mismo y el glicérido restante, que pueden estar presentes. Las ventilaciones repetidas parecen separar el  $\text{CO}_2$  dejando un nivel concentrado de compuestos volátiles para disolver o ser disueltos en el glicérido.

[E] Después de que el congelado se coloca en el recipiente, el recipiente se aísla y se le suministra calor. La temperatura de los contenidos de recipiente se deja elevar sobre el punto de congelación del glicérido; sin embargo, antes de que se alcance la temperatura ambiente y con el glicérido presente en el recipiente, la presión se libera rápidamente. Como resultado de la liberación rápida de presión, el material que permanece es un glicérido que contiene aroma, congelado, con los aromáticos de gas del molino adicionales, condensados

en su superficie.

(6) El congelado se coloca en un recipiente, y el  $\text{CO}_2$  se sublima a presión atmosférica (aproximadamente  $-78.5^\circ\text{C}$ ). Después de que se separa una porción substancial de  $\text{CO}_2$ , el recipiente se aísla y los contenidos se elevan a aproximadamente la temperatura ambiente y, con el glicérido presente, se ventila después el recipiente. Debe lograrse antes de la ventilación una presión de 7 a 14  $\text{kg/cm}^2$  manométricas.

(4) El congelado de gas del molino se sella en un recipiente a presión y la presión se deja elevar a aproximadamente 7  $\text{kg/cm}^2$  manométricas. La presión se reduce después rápidamente a 3  $\text{kg/cm}^2$  manométricas, y este ciclo se repite dos a tres veces más. El recipiente se sella después y los contenidos se calientan a una temperatura interna de aproximadamente  $21.1^\circ\text{C}$ . Después, con el glicérido presente, y posiblemente después de un período de mantenimiento, el recipiente se ventila. Como una mejora de este procedimiento, puede ser deseable hacer pasar los gases del congelado sublimados, a través de una columna de glicérido líquido e licuado, el cual glicérido se coloca después en el recipiente.

(7) Se coloca tanto el congelado de gas del molino como el glicérido, en el recipiente. Se sella el recipiente y se calientan los contenidos a aproximadamente la temperatura ambiente. Posteriormente, se enfrían por debajo de  $-1.1^\circ\text{C}$ , y el se deseca a tan bajo como  $-75.5^\circ\text{C}$ , liberándose por ventilación

después la presión de  $\text{CO}_2$  residual. El glicérido aromatisado puede separarse y utilizarse como un sólido o también calentarse y separarse como un líquido.

Después de que se reduce la presión dentro del recipiente, el glicérido aromatisado se separa del recipiente. Si es líquido, esto puede hacerse decantando simplemente o mediante el drenaje de líquido a través de una válvula en el fondo del recipiente. Sería también posible permitir que la presión residual dentro del recipiente forzara al líquido fuera de un tubo de extracción vertical el cual se proyectara a través de la porción superior del recipiente. Este glicérido se procesa preferiblemente después a manera de separar el agua en exceso.

Si se separa un líquido de un recipiente sometido a presión interna cualquier gas residual presente en el recipiente puede ser retenido para emplearse en un ciclo de fijación de presión subsecuente.

La fase de glicérido aromatisada y cualquier fase acuosa que pudiera estar presente en el recipiente, puede separarse durante la separación del recipiente. Alternativamente, ya que el agua será el material más pesado dentro del recipiente sería posible separar la fase líquida del fondo durante el ciclo de fijación de presión.

La separación del agua del glicérido aromatisado, preferiblemente por debajo de un nivel de 0.5% en peso o menos, parece estabilizar adicionalmente los aromáticos del gas del

molino. La centrifugación, la ultracentrifugación, la fracción molecular, los agentes de secado y métodos similares, han probado ser técnicas exitosas para la separación de agua del glicérido aromatizado. Como un refinamiento adicional de este procedimiento de separación de agua, es posible separar cualesquiera aromas del agua separada tal como por ejemplo mediante destilación al vacío y agregar estos aromáticos separados nuevamente al glicérido aromatizado.

El glicérido aromatizado puede combinarse con polvo de café soluble o con extracto de café antes de secar el extracto de conformidad con cualesquiera de las técnicas conocidas del arte anterior. Los niveles típicos de adición para el glicérido aromatizado son de 0.1 a 2% en peso de glicérido con base en el peso de sólidos solubles en el producto final. El polvo aromatizado de esta invención puede constituir la totalidad o únicamente una porción del polvo en el producto final como será aparente para aquellos expertos en el arte.

El término polvo de café y extracto de café utilizados en la descripción de esta invención, se pretende que incluya materiales que contienen en total o en parte sustitutos del café tales como polvos o extractos obtenidos en total o en parte de los cereales tostados tales como trigo, centeno, cebada y similares. Uno de tales artículos es el extracto acuoso y resultante del polvo seco de trigo, cebada y melazas conocido como "Instant Postum" (Marca Comercial Registrada).

Esta invención se describe adicionalmente, pero no está limitada por los siguientes ejemplos.

EJEMPLO I

Se puso en una bomba de acero inoxidable de alta presión y se calentó hasta 76.6°C. una mezcla de 130 g. de congelado de gas de molino condensado con nitrógeno líquido y 110 g. de aceite de café. Se obtuvo una presión de 49 kg/cm<sup>2</sup> manométricas. La presión se liberó y el residuo que permaneció se almacenó a -17.7°C. durante catorce días, y después se colocó sobre la superficie de polvo de café soluble a un nivel de 0.5%.

EJEMPLO II

El gas del molino de café que se desprendió durante la molienda del grano de café recientemente tostado, se hizo pasar a través de un condensador enfriado con agua, en donde se separaron 20 g. de agua por litro de gas. El gas se hizo pasar después a un intercambiador de calor de pared raspada, enfriado con nitrógeno líquido, en donde se condensó y se recogió como un congelado.

36.2 kg. del congelado se colocaron en un recipiente a presión de 113.2 litros, junto con 18.1 kg. de aceite de café extraído por presión. El recipiente a presión se sumergió en un baño de agua mantenido a aproximadamente 21.1°C. Después de tres horas, los contenidos del recipiente obtuvieron una temperatura de aproximadamente 21.1°C. y una presión de approxi-

uniformemente  $19.1 \text{ kg/cm}^2$  manométricas. el recipiente se ventiló lentamente a la presión ambiente durante el curso de aproximadamente tres horas, tomándose cuidado de evitar disminuciones rápidas en la presión que provocarían que el aceite solidificara. Los contenidos del recipiente se centrifugaron y se separaron a aproximadamente 910 g. de agua por litro del líquido. Este aceite "seco" aromatizado cuando se congeló a  $-4.6^\circ\text{C}$ ., se encontró que permanece estable durante por lo menos tres días.

El aceite congelado se descongeló en un baño de agua corriente y después se recubrió por aspersión en la superficie del café seco de aspersión aglomerado a un nivel de 0.4% en peso. El producto recubierto se colocó bajo una atmósfera inerte y se valoró en unante a arena de recipiente después de varias semanas de almacenamiento. Un arena similar al café tostado, agradable, fue exhibido por el producto.

#### COMPARACION DE PROCEDIMIENTOS

Se repitió el procedimiento del ejemplo II con la excepción de que el contacto de congelado-aceite de café, se efectuó mediante mezcla manual en un recipiente no conectado a presión interna. Aunque se obtuvo una estabilidad comparable para el aceite congelado, el arena de recipiente del polvo de café recubierto, se encontró que tenía una calidad de la pasta significativamente superior, aunque comparable, que aquel del ejemplo II. El análisis de cromatografía en gas de las muestras indicó un nivel aromático para el arena de recipiente

del ejemplo II, de aproximadamente el doble que el de la operación de Comparación.

#### EJEMPLO III

Se cargó una bomba de presión, de un litro, provista con una ventana de vidrio, con 200 g. de congelado de gas de molino condensado (5% de  $H_2O$ ) y 150 ml. de aceite de café extraído a presión. La bomba se selló después y se colocó en un baño de agua a  $21.1^{\circ}C$ . Después de varias horas, los contenidos obtuvieron una temperatura de aproximadamente  $21.1^{\circ}C$  y una presión de aproximadamente  $59.5 \text{ kg/cm}^2$  manométricas. La observación de los contenidos de la bomba reveló la presencia de una capa amarilla-verde de dióxido de carbono líquido que se estimó era de 126 g. La bomba se ventiloó después isotérmicamente, y el aceite aromatizado se centrifugó para separar el agua.

#### EJEMPLO IV

Utilizando el procedimiento del ejemplo III, se cargó una bomba de un litro con 200 g. del congelado de gas de molino y 150 ml. de aceite. Cuando los contenidos alcanzaron  $21.1^{\circ}C$ , la presión de la bomba fue de  $55.3 \text{ kg/cm}^2$  manométricas, y no se observó capa de dióxido de carbono líquido. La bomba se ventiloó isotérmicamente otra vez, y el aceite se centrifugó.

#### EJEMPLO V

Los aceites "secos" de los ejemplos III y IV se

valoraron cualitativamente en cuanto aroma, y se encontró que eran comparables y que contenían un aroma de café fresco. - El análisis cromatográfico en gas de los aromas del espacio superior del recipiente, preparados a partir de los dos aceites, indicó un nivel más elevada de aromáticos para el aceite del ejemplo IV.

#### EJEMPLO VI

El gas de molino del café que se desprendió durante el molino del grano de café recientemente tostado se hizo pasar a través de un condensador enfriado con agua, en donde se separaron 20 g. de agua por litro de gas. El gas se hizo pasar después a un intercambiador de calor de pared raspa-da, enfriado con nitrógeno líquido, en donde se condensó y se recogió como un congelado.

Se colocaron 26.2 kg. del congelado en un recipiente a presión de 113.2 litros junto con 18.1 kg. de aceite de café extraído a presión. El recipiente a presión se sumergió en un baño de agua mantenido a aproximadamente 43.3°C. Después de una hora, los contenidos del recipiente obtuvieron una temperatura de aproximadamente 43.3°C, y una presión de 84 kg./cm<sup>2</sup> absoluta. El recipiente se ventila después lentamente a presión ambiente durante el transcurso de aproximadamente tres horas, teniendose cuidado de evitar dichos descensos rápidos en la presión que provocarían la formación de CO<sub>2</sub> líquido. Los contenidos del recipiente se centrifugan y se separan aproxima-

damente 329.6 g. de agua por litro de líquido. Este aceite "resaca", cuando se congela a  $-28.9^{\circ}\text{C}$ ., se encuentra que permanece estable durante por lo menos 3 días y posee un aroma de café agradable que puede transferirse a un producto de café soluble por medios tales como recubrimiento por aspersión.

#### ANEXO VII

El gas del molino de café que se desprendió durante la molienda del grano de café recientemente tostado, se hizo pasar a través de un condensador enfriado con agua, en donde se separaron 0.56 g. de agua por litro de gas. El gas se hizo pasar después a un intercambiador de calor de pared raspada, enfriado con nitrógeno líquido, en donde se condensó y se recogió como un congelado.

Se colocan 36.7 kg. del congelado en un recipiente a presión de 113.7 litros (según se muestra en el dibujo) junto con 19.1 kg. de aceite de café extraído a presión. El recipiente a presión se sumerge en un baño de agua mantenido a aproximadamente  $21.1^{\circ}\text{C}$ .. Después de 3 horas, los contenidos del recipiente, obtienen una temperatura de aproximadamente  $21.1^{\circ}\text{C}$ ., y una presión de aproximadamente  $59.5 \text{ kg/cm}^2$ , manométrica. Se circula después a contracorriente agua a  $1.6^{\circ}\text{C}$ ., a través del condensador y la válvula reguladora de presión se abre después ligeramente para liberar lentamente la presión en el transcurso de tres horas, teniéndose cuidado de evitar dichos descensos rápidos en la presión que provocarían que soli-

dificara el aceite. Durante el procedimiento de ventilación se observó el reflujo de CO<sub>2</sub>, regresando el condensado líquido al recipiente a través de la columna empacada, llena con anillos Raschig de cerámica. Los contenidos del recipiente se centrifugan y se separan a aproximadamente 5 229.6 g. de agua por litro de líquido. Este aceite "seco", aromatizado cuando se congela a -28.9°C., se encuentra que permanece estable durante por lo menos tres días y que posee un aroma de café agradable, el cual puede transferirse a un producto de café soluble, por medios 10 tales como recubrimiento por aspersión.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el 20 de Mayo de 1974, bajo el Número 471.630, 471.631, 471.632 y 471.633, 15 se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

20  
- REIVINDICACIONES -

25  
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:

5 1ª.- Un método para producir un material de aroma de café que puede agregarse al café mediante la condensación, a partir de un gas, de un congelado que contiene aroma y combinado el congelado con un glicérido, caracterizado porque se pone en contacto un congelado que contiene aroma condensado, con un contenido elevado de dióxido de carbono, en un recipiente a presión, y se pone en contacto bajo presión, mientras que el recipiente se aísla de la atmósfera, con un glicérido líquido en una cantidad de 1 g. de glicérido a de 0.5 a 6 g. de congelado, se libera la presión y se recupera el material de glicérido-aroma.

15 2ª.- Un método de conformidad con la reivindicación 1ª, caracterizado porque la presión es de por lo menos 7 kg/cm<sup>2</sup> absolutos.

20 3ª.- Un método de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque el recipiente se eleva en cuanto a temperatura, a por lo menos la temperatura ambiente (esto es, 15.5°C.).

4ª.- Un método de conformidad con la reivindicación 3ª, caracterizado porque la temperatura interna del recipiente se eleva a más de 31°C.

25 5ª.- Un método de conformidad con la reivin-

dicación 4ª, caracterizado porque la temperatura se eleva a de 32º a 49ºC.

5 6ª.- Un método de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 5ª, caracterizado porque los contenidos se mantienen durante por lo menos una hora bajo presión.

10 7ª.- Un método de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 3ª a 6ª; caracterizado porque el congelado y el glicérido se colocan en el recipiente antes de que se suministre calor.

15 8ª.- Un método de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 7ª, caracterizado porque se suministra calor para preveer una presión interna de por lo menos 49 kg/cm<sup>2</sup> manométricos y una temperatura interna mayor que el punto de congelación del glicérido, y la presión se libera a un régimen que mantiene el glicérido en un estado líquido.

20 9ª.- Un método de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 8ª, caracterizado porque el gas liberado del recipiente se pone a reflujo por medio de una columna empacada en la parte superior y un condensador sobre la columna.

25 10ª.- Un método de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 9ª, caracterizado porque el régimen de liberación de presión es tal a manera de

evitar la formación de dióxido de carbono líquido.

11ª.- Un método de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 3ª a 10ª, caracterizado porque se suministra calor mediante un baño de agua.

5

12ª.- Un método de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 11ª, caracterizado porque el congelado se obtiene haciendo pasar el gas a través de un condensador para separar el agua y después a un intercambiador de calor de pared raspada.

10

13ª.- Un método de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 12ª, caracterizado porque el congelado se obtiene de un gas que lleva aroma obtenida mediante la ruptura de la estructura celular del grano de café recientemente tostado.

15

14ª.- Un método de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 13ª, caracterizado porque se agrega el glicérido-aroma producido al polvo de café soluble.

20

15ª.- Un método para producir un material de aroma de café.

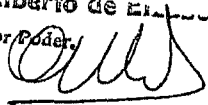
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

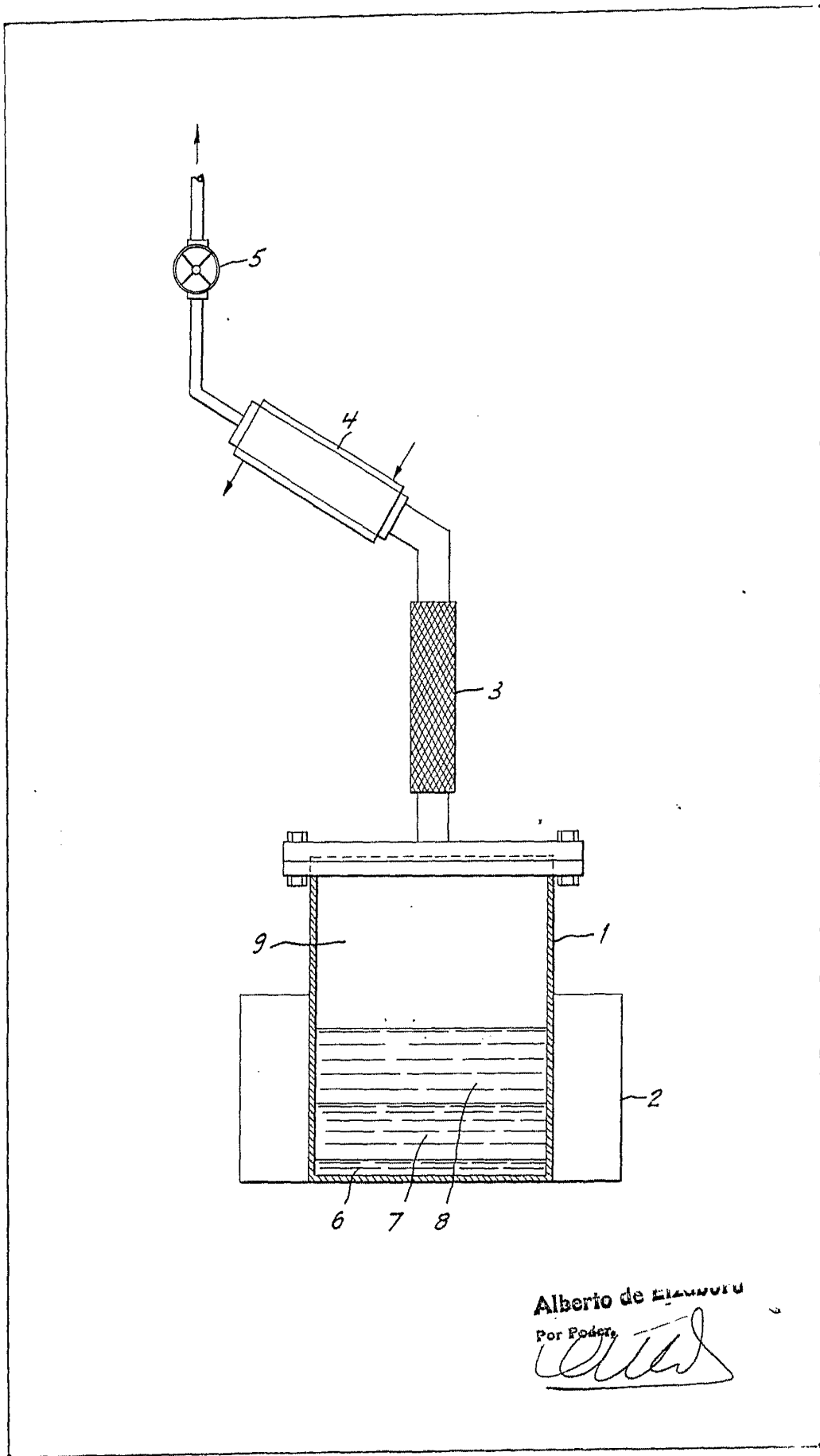
Esta Memoria consta de treinta y una hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

21 MAYO 1975

P.A.

Alberto de ~~Alvarez~~  
Por Poder.  




Alberto de Elizaburu  
Por Poder  
*[Signature]*