

CASE O. Z. 854/31

442974

Int. Cl.: A23 F

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

por "UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UN MATERIAL VEGETAL
DESCAFEINADO" a favor de la firma suiza SOCIETE DES
PRODUITS NESTLE S.A., residente en VEVEY (Suiza).

=.=

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a la descafeinación de
materias vegetales.

- Desde hace tiempo existe una apreciable demanda
de vegetales descafeinados, particularmente bebidas tales
5. como café y té. Las técnicas del arte anterior habituales
para la descafeinación implican, por lo general, el empleo
de disolventes orgánicos tales como tricloroetileno o clo
roformo, cuyos disolventes se ponen en contacto con el
material vegetal o con un extracto acuoso de éste. Cuando
10. se ha transferido suficiente cafeína al disolvente, se se



para la solución resultante de cafeína para permitir la ulterior elaboración del material o extracto descafeinado.

Estas técnicas de descafeinación a base de disolvente orgánico tienen varias desventajas. De particular

5. importancia para el consumidor final, la utilización de los disolventes de descafeinación del arte anterior resulta, con frecuencia, en pérdida sustancial, o desnaturación, de los valiosos constituyentes de sabor y aroma de la bebida eventual. Así pues, la descafeinación ha sido con frecuencia la responsable de que los productos carezcan de las características de elevada calidad.

10. Por otra parte, debido a que los propios disolventes del arte anterior son con frecuencia perjudiciales, se ha evidenciado la preocupación de ponerlos en contacto con materiales vegetales con los que deben producirse comestibles. Esta preocupación ha resultado en el desarrollo de técnicas de elaboración complejas y severas para asegurar la completa separación del disolvente de los productos acabados.

15. De conformidad con el presente invento se proporciona un procedimiento para producir un material vegetal descafeinado que comprende poner en contacto un material graso acuoin soluble líquido con un material vegetal que contenga cafeína, mantener dicho material graso y material vegetal en contacto durante un período de tiempo suficiente para que se transfiera la cafeína de dicho material vegetal a dicho material graso y separar el material graso cargado de cafeína resultante del material vegetal descafeinado.
- 20.
- 25.



Por "material graso", tal como aquí se utiliza, se entiende cualquier grasa o aceite animal o vegetal o sus mezclas o fracciones que asume forma líquida dentro de la gama de temperatura - que se expondrá más adelante - útil para la separación de la cafeína de la composición que contiene cafeína. Estos materiales grasos normalmente están compuestos, en esencia, por ésteres de ácidos grasos - normalmente ésteres de glicerol - y pueden utilizarse en su forma natural o en aquellas resultantes de tratamientos convencionales tal como se conocen en el arte. Además, los materiales grasos utilizados deben ser, deseablemente, no disolventes para los constituyentes del material vegetal aparte de la cafeína.

Así pues, por ejemplo, estos materiales grasos pueden ser grasas o aceites insaturados o saturados. De modo análogo, los aceites refinados o convencionalmente refinados, así como los aceites con o sin aditivos normales tales como antioxidantes o conservadores son todos útiles dentro del alcance del presente invento. Sin embargo, se prefiere que el material graso esté esencialmente exento de agentes tensoactivos, ya sea presentes en forma natural o adicionados. Estos materiales pueden estabilizar emulsiones que se forman con la agitación de las composiciones líquidas utilizadas de conformidad con el presente invento y, por consiguiente, aumentar la dificultad de estas etapas de elaboración como es la separación centrífuga cuando se requiera.

Los materiales grasos del presente invento incluyen los aceites y grasas naturales y, por tanto, se



5. dispone fácilmente de numerosos ejemplos. Sin embargo, entre estos materiales grasos se prefieren en gran manera aquellos que son comestibles debido a que su utilización reduce la necesidad de tener un cuidado especial en la separación de los materiales vegetales que se elaborarán ulteriormente como comestibles.

10. Estos materiales grasos son útiles para llevar a cabo virtualmente cualquier grado deseado de descafeinación de un material vegetal. Así pues, si bien se prefiere normalmente la esencialmente completa separación de la cafeína, también puede proporcionarse un grado inferior según la demanda del consumidor. Sin embargo, en cualquier caso, podrá disponerse de una cantidad correspondiente de cafeína como un valioso subproducto comercial.

15. Los materiales grasos se utilizan para extraer la cafeína de diversas materias vegetales, más comúnmente del café o del té. Sin embargo, para que la descafeinación se lleve a cabo fácilmente es deseable que se halle presente agua. Se considera que esta exigencia se debe a la deseabilidad de obtener la cafeína en una forma inicialmente solubilizada en agua o parcialmente solubilizada en agua para facilitar su idoneidad frente al disolvente de descafeinación de material graso. Sin embargo, esta consideración relativa a un mecanismo con el que puede operar el presente invento, no está destinada a limitar el alcance del presente invento sino que se expone meramente como un intento de explicar cuanto puede suceder con respecto a éste.



- Los materiales vegetales que contienen cafeína que pueden descafeinarse de conformidad con el presente invento se proporcionan, más convenientemente, en forma líquido acuosa o sólida. Cuando se utiliza una forma sólida debe también estar presente el agua, aunque puede vincularse en el interior del sólido. Por consiguiente, las soluciones acuosas de material vegetal y materiales vegetales con un contenido de humedad sustancial son composiciones preferidas para la descafeinación de conformidad con el presente invento.
- 5.
- 10.

- Son bien conocidos los extractos acuosos de té y de café molido y tostado y pueden producirse con medios convencionales en el arte. Debido a que estos extractos se convierten eventualmente en productos bebibles, éstos deben tratarse no obstante, normalmente, de modo que se minimice la exposición a condiciones que pudieran resultar en la pérdida y/o degradación de los constituyentes valiosos de sabor. Una clase particular de constituyentes de estos brebajes - los llamados volátiles o aromáticos - es particularmente sensible a este respecto.
- 15.
- 20.

- Por consiguiente éstos se separan de preferencia inicialmente durante la elaboración y se recombinan con los constituyentes más estables sólo al final del ciclo de producción del brebaje o en la proximidad de éste.
- 25.
- Esta separación y conservación de los constituyentes volátiles o aromáticos de los materiales vegetales puede llevarse a cabo por medios bien conocidos en el arte. Así pues, por ejemplo, es convencional someter los extractos acuosos a destilación con vapor, con cuya

26 NOV 1975

- técnica se obtiene fácilmente un condensado acuoso que contiene los constituyentes aromáticos y volátiles. Estos aislados se conservan luego bajo condiciones de baja temperatura hasta que pueden recombinarse con los constituyentes de material vegetal elaborados, por ejemplo, mediante mezcla con éstos inmediatamente antes del secado o mediante aplicación al propio material deseado seguido de una breve secuencia secundaria de secado. Por consiguiente cuando se descafeinan extractos acuosos con los materiales grasos la solución acuosa de material vegetal está exenta, de preferencia, de sus constituyentes volátiles habituales.

- Otro material vegetal líquido que puede descafeinarse de conformidad con el presente invento, comprende un extracto acuoso del material vegetal, que se ha formado concretamente para la finalidad de descafeinación y no constituirá ninguna porción del producto de brebaje eventual. Esta modalidad del presente invento es más apropiada para materiales vegetales tales como café, que normalmente requiere tostado o algún otro tratamiento para formar muchos de sus constituyentes de brebaje deseados.

- Ejemplo de esta modalidad del presente invento, es un extracto acuoso de granos de café en verde. Estos granos pueden extractarse con agua para separar su contenido de cafeína. Sin embargo, el extracto resultante contiene relativamente poco de los constituyentes de brebaje de café normales por cuanto estos constituyentes acuosolubles se producen en gran manera sólo con el subsiguiente tostado de los granos.



26

- La formación de este extracto es bastante simple. Todo cuanto se requiere es que los granos verdes se pongan en contacto con un peso de agua suficiente para disolver su contenido de cafeína, conteniendo los granos normalmente alrededor de 2 a 3% en peso de cafeína según sea su origen. Normalmente la disolución se lleva a cabo mediante flujo a contracorriente de los granos y el agua; sin embargo, esta etapa puede llevarse a cabo simplemente suspendiendo los granos en agua o cualquier contacto equivalente entre ambos durante un período de tiempo - normalmente de 10 a 60 minutos - suficiente para permitir el grado deseado de descafeinación.
- 5.
- 10.

- Sin embargo, aún cuando los granos verdes se extractan con agua, algunos constituyentes valiosos de brebaje pueden separarse también a la fase acuosa. Una técnica con la que se asegura el evitar cualquier pérdida sustancial de estos constituyentes, es la de circulación cíclica cerrada del medio de extracción acuoso. Según esta técnica el medio acuoso obtiene rápidamente su máxima concentración de los diversos constituyentes acuosolubles, incluyendo cafeína, de granos de café. Con la subsiguiente separación selectiva de la cafeína del medio se obtiene un medio de extracción acuoso reciclable que rápidamente alcanza el equilibrio dinámico con respecto al de los constituyentes acuosolubles de los granos verdes que no se separan por la descafeinación del medio.
- 15.
- 20.
- 25.

En efecto, con este equilibrio dinámico el medio de extracción reciclado exento de cafeína separará - con el recontacto con los granos verdes - esencialmen-



te sólo la cafeína. Así pues, dentro de un breve tiempo, puede obtenerse un sistema con el que se separe esencialmente sólo cafeína de los granos verdes.

- El medio de extracción de recirculación y el
5. extracto acuoso discutido de forma más completa anteriormente son ambas soluciones acuosas que contienen cafeína y diversos constituyentes de material vegetal acuosoluble. Por consiguiente, la presente técnica de tratar materiales vegetales líquidos con material graso para separar
10. de éstos la cafeína, puede aplicarse a cada uno sustancialmente del mismo modo. Así pues, se mezcla un material vegetal líquido con un volumen apropiado de un material graso líquido inmiscible en agua, se mantienen combinados hasta que ha migrado la cafeína al material graso y luego
15. se separa con una disminución correspondiente en su contenido de cafeína. Estas etapas pueden llevarse a cabo de forma muy simple, debido a que ambas fases son líquidas, permiten la fácil mezcla y homogeneidad bajo agitación, mientras que la inmiscibilidad de las dos fases - acuosa
20. y grasa - permite la separación sustancialmente completa siguiendo muchas técnicas conocidas, incluyendo la decantación.

- De principal importancia, por la eficacia de la descafeinación, son las características de solubilidad de
25. la cafeína con respecto al material graso. Estas propiedades dependen del material particular elegido y de la temperatura durante la mezcla con el material vegetal líquido. Este efecto puede discutirse en términos del coeficiente de distribución para la cafeína entre volúmenes igua-



les de las fases grasa y acuosa durante la combinación y en equilibrio. Más particularmente, la finidad del material graso para la cafeína se define mediante la relación:

5. Coeficiente de distribución:
$$\frac{\text{concentración de cafeína en fase grasa}}{\text{concentración de cafeína en fase acuosa}}$$

para cualquier temperatura dada. Así pues resulta evidente que a mayor coeficiente de distribución se obtiene una superior idoneidad para efectuar la descafeinación.

10.

En la tabla I que sigue se ofrecen datos ejemplificativos para diversos materiales grasos a distintas temperaturas. Los datos reflejan el equilibrio logrado mediante simples mezclas de volúmenes de material graso y soluciones acuosas de cafeína. Debe hacerse constar que los materiales grasos actualmente utilizados son únicamente productos comerciales representativos. Así pues, según el historial particular de un material dado cabe esperar alguna variación en el coeficiente de distribución.

15.

Con estos datos y la descripción adicional proporcionada pueden, no obstante, determinarse fácilmente las características y condiciones óptimas del empleo de otros materiales grasos comprendidos dentro del alcance del presente invento.

20.

25.



TABLA I
CARACTERISTICAS DE SOLUBILIDAD DE MATERIALES GRASOS

	Material graso	Temperatura °C	Coefficiente de distribu- ción de cafeína para volúmenes iguales de fases acuosa y grasa
5.	Aceite de alazor	20 10	0,064 0,057
	Aceite de soja	20 10	0,064 0,059
	Aceite de maíz	20 15 10 5	0,064 0,064 0,071 0,085
10.	Aceite de cacahuete	10	0,067
	Aceite de café	23	0,140
	Trioleína (éster de ácido oleico de glicerol)	23	0,085
15.	Aceite de oliva	23	0,076
	Aceite de manteca	65	0,197

El tiempo de contacto entre las fases grasa y vegetal es relativamente carente de importancia. Sólo se requieren unos pocos minutos para obtener el grado de equilibrio. La temperatura óptima para la descafeinación con cualquier material graso particular dentro del alcance del presente invento debe determinarse, no obstante, antes de la utilización. En la tabla I se reflejan datos ejemplificadores, pero pueden efectuarse determinaciones adicionales siguiendo técnicas bien conocidas y, por consiguiente, este aspecto del presente invento puede deducirse por simple experimentación después de la selección del material graso particular que debe utilizarse.



- Para determinar la temperatura óptima, los materiales particulares implicados establecen límites sobre el grado de variación deseable. Así pues, el punto de congelación del material vegetal acuoso y el punto de solidificación del material graso definen el límite inferior para temperaturas útiles. En el otro extremo de la gama, la degradación del sabor que puede resultar con la exposición de los constituyentes de sabor y aroma a temperaturas superiores debe también evitarse. Sin embargo, normalmente la descafeinación puede llevarse a cabo dentro de la gama de 0° a 50°C, prefiriéndose de 10° a 30°C para extractos acuosos. Cuando estos constituyentes están esencialmente ausentes son útiles temperaturas todavía superiores, hasta el punto de inestabilidad para el material vegetal particular.
- 5.
- 10.
- 15.

- Una vez se ha seleccionado un material graso particular y la temperatura para la etapa de descafeinación resta la consideración del grado deseado de descafeinación. Este se controla normalmente, por lo menos parcialmente, mediante la relación de materiales vegetales frente a materiales grasos. Ordinariamente, una relación entre material graso y material vegetal acuoso de alrededor de 20:1 proporcionará sólo la parcial descafeinación en una secuencia de contacto única. Así pues, por ejemplo, a esta relación, los coeficientes de distribución de 0,035 y 0,085 proporcionan alrededor del 40% y 65% de descafeinación respectivamente. Los aumentos en la relación de material graso y material vegetal aumentarán, evidentemente, este grado de descafeinación y relaciones inferiores lo
- 20.
- 25.



disminuirán.

- Sin embargo, adicionalmente, los medios a través de los cuales se lleva a cabo el contacto con el material graso afectan el grado de descafeinación. La descafeinación puede producirse, tal como se ha descrito anteriormente, a través de una secuencia de descafeinación de una etapa que incluye poner en contacto un peso particular de material graso con un peso particular de extracto acuoso, manteniendo estos materiales en contacto durante un período suficiente para aproximarse o alcanzar el equilibrio de distribución de cafeína y luego separar el extracto. Sin embargo, puede aumentarse la eficacia de la descafeinación aumentando el número de etapas. Por consiguiente, en una modalidad preferida del presente invento, la descafeinación se lleva a cabo en una secuencia de múltiples etapas, en donde el material vegetal se pone en contacto con partes alicuotas sucesivas del material graso hasta que se ha alcanzado el grado deseado de descafeinación.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- Esta modalidad preferida puede seguirse, de la forma más simple, poniendo en contacto sucesivamente la composición que contiene cafeína con partes alicuotas de un material graso particular, manteniendo las fases grasa y acuosa en contacto durante un período de tiempo suficiente para efectuar una transferencia sustancial de cafeína en el material graso (siendo ordinariamente esta transferencia en una cantidad superior a alrededor del 70% de la distribución de equilibrio entre ambas), separando las fases acuosa y grasa y luego repitiendo esta se-



cuencia de etapas con partes alicuotas adicionales de material graso exento de cafeína.

5. Todavía otra forma de esta modalidad preferida comprende la descafeinación a contracorriente. Con esta modalidad se hace pasar un material graso inicialmente exento de cafeína a través de volúmenes consecutivos de material vegetal que se disponen en orden inverso con respecto al contenido de cafeína. Así pues, el material graso fresco establece contacto primero con los volúmenes de material vegetal más descafeinados y luego aquellos de superior contenido de cafeína. Durante esta modalidad del procedimiento, cuando el primer volumen de material vegetal alcanza el grado deseado de descafeinación, éste es simplemente eludido mientras que un nuevo volumen - que
10. tiene el contenido más elevado de cafeína - se conecta corriente abajo, para mantener un número constante de volúmenes en corriente y un orden apropiado de contacto con el material graso.
- 15.

20. Debe hacerse constar, adicionalmente, que las soluciones acuosas o extractos de material vegetal pueden contener, por ejemplo, de 2 a 60% de sólidos solubles por peso total. Sin embargo, normalmente se prefiere que las soluciones que han de descafeinarse tengan una concentración de sólidos solubles del 10 al 50%, antes de contactar con el disolvente de cafeína de material graso.
25. Estas concentraciones se prefieren con el fin de minimizar los volúmenes subsiguientes de líquidos que pueden utilizarse en la secuencia de descafeinación, así como con el fin de reducir la cantidad de agua que debe separarse



eventualmente de un brebaje o extracto que debe secarse hasta la forma sólida.

- La concentración puede obtenerse con técnicas bien conocidas en el arte anterior. Asimismo, debido a
5. que el extracto acuoso proporcionará eventualmente el producto de brebaje seco, es deseable que esta concentración se obtengan bajo condiciones que minimicen la posibilidad de efecto adverso sobre el sabor. Por consiguiente, es preferible utilizar técnicas tales como evaporación a baja presión o concentración por congelación, que evitan la exposición del brebaje a temperaturas superiores durante cualquier período de tiempo substancial.
- 10.

- El presente invento incluye también la utilización de un material graso para la descafeinación directa de materiales vegetales sólidos. Ejemplos de estos sólidos son granos de café en verde que pueden proporcionarse en forma molida, triturada y, más deseablemente, entera. También pueden utilizarse granos de café tostado; sin embargo primero deben separarse los volátiles para
15. evitar la indebida pérdida de los constituyentes valiosos del brebaje. Por consiguiente, la descafeinación de granos verdes enteros es más preferida y la exposición que sigue de esta modalidad se dirige particularmente a éstos, aunque otros materiales vegetales pueden tratarse de modo similar.
- 20.
- 25.

El empleo de materiales vegetales sólidos es una modalidad particularmente preferida del presente invento por cuanto ésta obvia ciertas desventajas del tratamiento con soluciones acuosas del material vegetal.



- Así pues, la separación del material graso de la composición que contiene cafeína viene facilitada por el hecho de que, mientras el material graso permanece líquido, el material vegetal está en forma sólida. La separación de los granos y del material graso puede aún llevarse a cabo, convenientemente, mediante simple drenaje de los granos y, cuando se utiliza la fuerza centrífuga para facilitar esta separación, resulta adecuada maquinaria bastante simple.
- 5.
10. Por otra parte, en la separación de granos de café en verde de un material graso líquido, el grado de separación puede ser esencialmente del 100%. Mientras que aún las más sofisticadas de las separaciones de líquido inmiscible pueden resultar en cierta retención de un líquido en el otro, no existiendo aquí este problema.
15. Una vez se ha separado la mayor parte del material graso de los granos, una etapa de purificación física secundaria, tal como la proyección de una descarga o corriente a través de los granos, permite esencialmente el 100% de separación del material graso retenido. Además, aún esta etapa adicional puede hacerse que resulte innecesaria.
20. Debido al tostado de post-descafeinación y tratamiento extractivo de los granos, en donde se utiliza un material graso sustancialmente insaboro, resultará un reducido efecto, si se produce, sobre el sabor del producto de brebaje eventual aún cuando la separación sea incompleta.
- 25.

Los granos de café en verde para hallarse en forma fácilmente susceptible a la separación de cafeína deben contener algo de humedad. Los granos normalmente



26 NOV. 1978

- contienen en estado natural del 8 al 10% de humedad, si bien se prefieren cantidades superiores de, por lo menos, alrededor del 20% del peso total. Sin embargo, el límite superior de humedad es más variable. La descafeinación
5. de una composición que contiene cafeína constituida por granos verdes se lleva a cabo, deseablemente, en ausencia de agua libre de líquido, con el fin de evitar los problemas de separación aparejados con una mezcla de líquidos y la posible pérdida de los valiosos constituyentes
10. de material vegetal solubilizados en dicha agua. Por consiguiente, en esta modalidad del presente invento, se prefiere que los granos verdes contengan entre alrededor del 20% y el 60% de agua por peso total, más preferente- mente entre alrededor del 40 y el 60%.
15. La incorporación de agua en los granos verdes puede llevarse a cabo de forma sencilla. Así, por ejemplo, los granos pueden sumergirse simplemente en agua y mantenerse sumergidos durante varias horas hasta que hayan absorbido la cantidad de agua deseada. A continua-
20. ción puede eliminarse fácilmente el exceso de agua, por ejemplo, mediante centrifugación. Con el empleo de calor y/o presión, esta incorporación o "intumescencia" de los granos puede acelerarse. Así pues, por ejemplo, cuando se sumergen los granos en agua a una temperatura de unos
25. 80 a 90°C, éstos obtienen el contenido deseado de humedad con mucha mayor rapidez. Asimismo, después de someterse a vapor de agua de unas 2 atmósferas, aún menos tiempo -normalmente alrededor de 1 a 30 minutos- es suficiente para alcanzar el contenido de humedad deseado.

26 NOV. 1954



- Una vez que los granos se han entumecido hasta un contenido de humedad apropiado, se disponen en un baño o corriente de material graso hasta que se obtiene el grado de descafeinación deseado. Aquí el tiempo de mezcla resulta importante: la transferencia de la cafeína de los granos es mucho más lenta que de la solución diluida. Por consiguiente, es deseable que para esta etapa se permitan periodos de, por lo menos 30 minutos, con periodos más prolongados para grados de más completa descafeinación.
- 5.
10. En procedimientos que conducen a elevados grados de descafeinación es también importante asegurar que el contenido de humedad de los granos entumecidos no disminuya de forma significativa durante el tratamiento. El contacto entre los granos entumecidos y el material graso puede resultar en contenidos inferiores de humedad debido a la pérdida de agua de los granos hacia el material graso. En donde esta disminución lleva a los granos a un contenido de humedad por debajo de la gama del 40 al 60% preferida, se produce una disminución correspondiente en la eficacia de la descafeinación.
- 15.
20. Se prefiere, por consiguiente, que el material graso utilizado para la descafeinación contenga una reducida cantidad de agua. En esta realización preferida de este invento se utiliza, normalmente, de 0,9 a 1,2%, más deseablemente alrededor de 1,0 %, de agua por peso de material graso. Esta cantidad actúa para mantener en equilibrio la cantidad de agua presente en los granos y el material graso, de modo que durante el contacto no existe migración de agua de los granos a la fase acuosa,
- 25.



ni viceversa. Por otra parte, se evita la excesiva eliminación de agua de los granos y, por otra parte, se minimiza la cantidad total de agua presente durante la descafeinación, con lo que se evita la indebida pérdida de los constituyentes de los granos acuoinsolubles sin cafeína.

5. Asimismo, el empleo de múltiples etapas, en contrapartida al contacto de una sola etapa de material graso con el material vegetal, puede llevarse a cabo en la forma previamente descrita. Así pues, constituyen modalidades deseables del presente invento la extracción en co-corriente y, más preferentemente, en contracorriente con material graso.

10. Un aspecto por el que la descafeinación de granos verdes entumecidos difiere sustancialmente de la descafeinación de soluciones acuosas que contienen cafeína radica en el efecto de la temperatura sobre la eficacia de la descafeinación. Según se ha indicado anteriormente, cuando la descafeinación implica el poner en contacto material graso con una solución acuosa que contiene cafeína, las diferencias de la temperatura durante este contacto no tienen un gran efecto sobre la eficacia de la descafeinación. Sin embargo, para el tratamiento de granos sólidos, los aumentos en la temperatura prevalente para la descafeinación puede aumentar dramáticamente el grado de separación de cafeína.

15. Por consiguiente, para obtener la máxima eficacia de separación de cafeína, la descafeinación de los granos se lleva a cabo, de preferencia, a una temperatu-

26 NOV



- ra tan elevada como resulta posible. La degradación de los materiales grasos tiene lugar, normalmente, a una temperatura de unos 150°C y alrededor de ésta y, por consiguiente, esta temperatura representa un límite máximo práctico para la descafeinación. Asimismo, los tiempos de contacto prolongados a temperaturas muy elevadas pueden producir alguna degradación de los constituyentes saporantes. Por consiguiente, se prefiere llevar a cabo la descafeinación de granos verdes dentro de la gama de temperatura de unos 50° a 120°C .

- Un aspecto ulterior del presente invento implica regenerar el material graso que contiene cafeína de modo que permita su reuso en el procedimiento de descafeinación. Esto se obtiene, de la forma más eficaz, poniendo en contacto el material graso separado que contiene cafeína con agua, permitiendo la transferencia de la cafeína en fase acuosa y separando luego el material graso para permitir su reciclaje para la ulterior descafeinación. La secuencia de regeneración invierte en gran medida las etapas ya descritas anteriormente con respecto a la descafeinación. Sin embargo, adicionalmente, ésta permite fácilmente el aislamiento de la cafeína de la fase acuosa regenerada.

- Para la regeneración del material graso la eficacia de la separación de cafeína a la fase acuosa es gobernada de nuevo por los mismos parámetros de temperatura, el coeficiente de distribución de cafeína del material graso particular y la relación ponderal del material graso con respecto al agua, tal como se ha expuesto



26 NOV. 1970

anteriormente con respecto a la separación de la cafeína de una solución acuosa de material vegetal.

- Debido a que la degradación del sabor no constituye un serio problema durante la regeneración, ya que
5. no se encuentran presentes los constituyentes del producto final, la temperatura durante la regeneración puede elevarse para mejorar la eficacia de la transferencia de la cafeína a la fase acuosa. Así pues, cuando con el aumento de la temperatura la solubilidad de la cafeína
10. en agua aumenta con mayor rapidez que en el material graso, es ventajoso efectuar la regeneración a una temperatura de hasta 100°C (y aún superior cuando se utiliza presión para evitar la evaporación). Cuando, por otra parte, las temperaturas inferiores favorecen esta transferencia
15. entonces deben utilizarse éstas.

- Asimismo, debido a que aquí se desea transferir la cafeína del material graso a una fase acuosa, la solubilidad relativamente superior de cafeína en agua permite la utilización de relaciones reducidas de grasa frente a la fase acuosa, aún para la transferencia sustancialmente completa. Adicionalmente, cuando se desea minimizar
20. adicionalmente las cantidades de agua utilizada en la regeneración del material graso, puede utilizarse una secuencia de regeneración de múltiples etapas que comprende
25. de la extracción en co-corriente y contracorriente de material graso con agua, de igual modo que ya se ha descrito anteriormente, con el fin de facilitar la eficaz regeneración del material graso.

Con respecto a la regeneración del material



26 NOV. 1959

- graso mediante la separación de cafeína con agua, se ha descubierto que el material graso separado puede contener -aún cuando la separación de estos líquidos inmiscibles se lleva a cabo a través de medios normalmente eficaces tales como la separación centrífuga- alrededor de 1% en peso de agua. Esta agua se separa, deseablemente, del material graso antes de volver a entrar en contacto con el material vegetal con el fin de evitar la dilución de los materiales vegetales líquidos. La separación del agua atrapada en el material graso puede llevarse a cabo con medios tales como destilación instantánea bajo condiciones de vacío o técnicas conocidas equivalentes.
- 5.
- 10.

- Según se ha descrito previamente, ciertas modalidades preferidas de este invento relativas a la descafeinación de materiales vegetales sólidos cuentan con la utilización de un material graso que contiene una reducida cantidad de agua. En la práctica de estas modalidades el factor de dilución resulta inapreciable. Por consiguiente, el material graso regenerado que contiene agua atrapada puede utilizarse directamente para la ulterior descafeinación. Alternativamente, este contenido acuoso puede ajustarse -por ejemplo, adicionando agua o mediante destilación parcial- según se requiera para que posea un contenido óptimo de agua.
- 15.
- 20.

- 25.
- Aún cuando se desee la presencia de agua en el material graso, se prefiere, no obstante, separar el agua atrapada y luego adicionar la cantidad deseada de agua al material graso seco. Esta secuencia de etapas asegura un contenido de agua óptimo y evita las dificultades y/o



interrupciones requeridas para controlar el contenido de agua atrapada del material graso regenerado y luego ajustarlo, según se desee.

5. Los ejemplos que siguen son ilustrativos del presente invento. A menos que se indique de otro modo los porcentajes se expresan en peso.

EJEMPLO 1

10. Se destila con vapor un extracto acuoso de granos de café tostado y molido para separar los volátiles. Se adiciona luego 10 kilos del extracto destilado, con una concentración de sólidos solubles del 19% y una temperatura de 22°C, a 179 kilos de aceite de maíz a 60°C. Se agita la mezcla resultante durante 30 minutos y luego se pasa a través de un separador centrífugo a una velocidad de 3,16 kilos por minuto. El brobaje que se separa del aceite en la centrifuga tiene un grado de descafeinación.

15. Repitiendo este tratamiento del brebaje con aceite de maíz adicional se aumenta sucesivamente el grado de descafeinación hasta que se efectúa la separación esencialmente completa de la cafeína.

EJEMPLO 2

20. Un extracto de té con una concentración de sólidos soluble de 27,6% y una temperatura de 22°C se mezcla con aceite de maíz con una relación volumétrica de 1:20, respectivamente, y se mantiene bajo agitación durante 10 minutos. Luego se somete la mezcla a separación centrífuga, lo que da un extracto de té que exhibe una descafeinación del 63%. Asimismo, la repetición del tratamiento



ofrece un medio para obtener cualquier grado superior deseado de descafeinación.

EJEMPLO 3

- Se descafeinan granos de café en verde utilizando un medio acuoso recirculante que ha alcanzado una concentración de sólidos soluble en equilibrio del 29% y se encuentra a una temperatura de 22°C. La descafeinación se lleva a cabo haciendo pasar el medio acuoso en contracorriente a través de una columna de granos verdes, separándose de la columna, por un extremo, los granos esencialmente exentos de cafeína y adicionándose por el otro granos verdes naturales. En el sistema acuoso circulante, y en un punto apartado de la columna, se separa el medio acuoso a través de un extractor centrífugo al que se adiciona aceite de café a 50°C, en una relación de 21:1 con respecto al medio, para separar la cafeína del extracto acuoso. Los intercambiadores de calor en el sistema se utilizan para mantener las temperaturas de estos dos líquidos esencialmente como se ha indicado.
- Con una sola pasada del medio y aceite a través de la centrífuga se separa más de un tercio de la cafeína del medio. Una segunda pasada del medio y una parte alícuota igual adicional de aceite aumenta la descafeinación del medio a más del 60%. Después de tostar, molturar y extraer muestras separadas de granos descafeinados obtenidos después de la primera y segunda pasada se encuentra que ambos extractos acuosos de la muestra están esencialmente exentos de cafeína.

EJEMPLO 4



Se someten a vapor granos de café verdes a 110° C hasta que alcanzan un contenido de humedad del 45% en peso total, y se disponen en cámaras de extracción independientes partes alicuotas de 10 Kg. Cada uno de las partes alicuotas se descafeina durante cuatro horas a 95° C con aceite de maíz que se hace pasar a través de las cámaras a una velocidad de 1,1 kg/minuto.

10. En una prueba, "A", se hace pasar aceite a través de solo una cámara. A continuación se regenera mediante extracción con agua para separar su contenido de cafeína, se separa el agua y luego se hace recircular el aceite para mantener un flujo continuo de aceite de maíz exento de cafeína para los granos entumecidos en la cámara.

15. En una segunda prueba "B", se conectan cuatro cámaras en serie de modo que el aceite de maíz fluya a través de cada una de ellas. La regeneración y la recirculación del aceite se lleva a cabo solo después que ha pasado a través de las cuatro cámaras. Una cámara -la primera que ha recibido el contacto del aceite- se separa cada hora y se adiciona una nueva cámara en el extremo corriente abajo. De este modo, y después de un período de 6 horas de funcionamiento, se obtiene un sistema en donde las cuatro cámaras contienen granos de contenido de cafeína variable en virtud de que éstas se han sometido a duraciones diferentes de corriente de aceite de descafeinación.

25. Se analiza el contenido de cafeína de los granos de la prueba "A" y de una cámara que ha pasado a



26 NOV. 1978

5. través de las cuatro etapas de la prueba "B" después del comienzo. A pesar de que cada uno de estos granos se ha descafeinado esencialmente bajo las mismas condiciones físicas, sus respectivos grados de descafeinación son marcadamente distintos. Así pues, mientras los granos de la prueba "A" exhiben el 52% de descafeinación, los de la prueba "B" exhiben el 92%. Resulta pues evidente que la extracción de múltiples etapas aumenta sustancialmente la eficacia de la descafeinación.

10.

EJEMPLO 5

15. Se destila con vapor un extracto acuoso de granos de café tostados y molidos para separar los volátiles. Luego se combinan 200 gramos del brebaje destilado, con una concentración de sólidos solubles del 18,4%, con 2 kg de aceite de alazor y se agita durante 30 minutos a 20°C. Luego se centrifuga esta mezcla para deshacer la emulsión y se separa el brebaje por decantación. El brebaje separado exhibe un grado de descafeinación del 56%.

EJEMPLO 6

20. Se repite el procedimiento del ejemplo 5 con la modificación de que el aceite de alazor se sustituye por 2 kg de aceite de soja. Después de la separación el brebaje exhibe un grado de descafeinación del 56%.

EJEMPLO 7

25. Se repite el procedimiento del ejemplo 5 sustituyendo el aceite de alazor por 2 kg de aceite de cacahuate. Adicionalmente el brebaje y aceite se mantienen a 10°C - en lugar de 20°C - durante todo el proceso. El brebaje separado exhibe un grado de descafeinación del



56 %.

EJEMPLO 8

Se descafeinan granos de café en verde con aceite de café en una zona de extracción a contracorriente de cuatro cámaras en la forma descrita para la prueba "B" del ejemplo 4. Cada cámara, o celda, contiene 6,8 kg de granos por peso en seco. El aceite se mantiene a 105°C y la extracción se lleva a cabo sobre un período total de extracción de 6 horas (1 hora y media para cada ciclo). Se utiliza una relación ponderal entre aceite total y grano de 120 : 1.

Después de cada pasada del aceite recirculante a través de las cuatro cámaras de la zona de extracción, el aceite se regenera mediante extracción acuosa para la cafeína y luego se destila para separar su contenido acuoso. Se mezcla una cantidad predeterminada de agua con el aceite antes de su recirculación.

Utilizando el procedimiento precedente se llevan a cabo cinco pruebas distintas. Estas pruebas difieren esencialmente en la adición de cantidades variables del agua al material graso destilado y exento de cafeína. A continuación se exponen los datos para condiciones estables de elaboración de cada prueba :

Prueba nº	Contenido de agua de la carga de granos	Contenido de agua mante - nido en el aceite	Porcentaje de desca - feinación	Pérdida de sólidos sin cafeína	Tipos de granos de café
1	54 %	0,37	87 %	2,5 %	"Milds" (cafeína al 1,33%)
2	55 %	1,00	97 %	1,1 %	"

Prueba nº	Contenido de agua de la carga de granos	Contenido de agua mantenido en el aceite	Porcentaje de descafeinación	Pérdida de sólidos sin cafeína	Tipos de granos de café
3	55 %	1,00	97 %	1,1 %	"Milds" (cafeína al 1,33 %)
4	55 %	0,75	69 %	2,4 %	"Robusta" (cafeína al 2,15 %)
5	57 %	1,20	97 %	5,2	"

5.

10.

Estos datos indican que los contenidos de humedad apropiados permiten la descafeinación óptima con la mínima pérdida de los constituyentes de los granos sin cafeína. La eficacia de la descafeinación disminuye cuando decrece la concentración de agua presente en el material graso durante la descafeinación. Se aprecia también que,

15.

si bien la eficacia de la descafeinación permanece elevada con contenidos acuosos superiores para el material graso, el elevado nivel de agua presente en el sistema resulta en un aumento de la pérdida de solubles sin cafeína de los granos.

20.

N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevos y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patentes estadounidenses seriales números 527.870 del 27.11.74 y 605.617 del 18.8.75.

1. Un procedimiento para producir un material

25 NOV. 1975



5. vegetal descafeinado caracterizado porque comprende poner en contacto un material graso líquido inmiscible en agua con un material vegetal que contiene cafeina, mantener dicho material graso y dicho material vegetal en contacto durante un periodo de tiempo suficiente para que se transfiera la cafeina de dicho material vegetal a dicho material graso y separar el material graso resultante cargado de cafeina del material vegetal descafeinado.

10. 2. Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el material vegetal que contiene cafeina comprende un extracto acuoso de un miembro elegido del grupo constituido por té y café tostado y molido.

15. 3. Un procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque antes de poner en contacto el extracto acuoso con el material graso se separan los volátiles de dicho extracto.

20. 4. Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el material vegetal que contiene cafeina está constituido por un extracto acuoso de granos de café en verde.

25. 5. Un procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el extracto acuoso descafeinado de los granos de café en verde, después del contacto con el material graso, se recicla para ulterior contacto con los granos de café en verde.





26 NOV 1975

6. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 5, caracterizado porque el extracto acuoso tiene una concentración de sólidos solubles de 2 a 60% en peso total.
5. 7. Un procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque dicho extracto acuoso tiene una concentración de sólidos solubles de 10 a 50% en peso.
8. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 7, caracterizado porque el extracto acuoso y el material graso se ponen en contacto y se mantienen a una temperatura comprendida entre 0°C y 50°C.
10. 9. Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el material vegetal que contiene cafeína está constituido por granos de café en verde p tostado.
15. 10. Un procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque se separan los volátiles de dichos granos de café tostado antes de la descafeinación.
11. Un procedimiento según la reivindicación 9 o 10, caracterizado porque antes de poner en contacto los granos con el material graso, se entumescen dichos granos con agua hasta un contenido de humedad total de 20 a 60% en peso.
20. 12. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11, caracterizado porque los granos y el material graso se ponen en contacto y mantienen a una temperatura comprendida entre 30°C y 150°C.
- 25.



5. 13. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 12, caracterizado porque el material graso utilizado para contactar los granos tiene un contenido de humedad que está sustancialmente en equilibrio con el contenido de humedad de los granos.

10. 14. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el material graso separado y cargado de cafeína se pone en contacto con agua para transferir sustancialmente toda la cafeína contenida en éste a solución acuosa, se separa la solución acuosa cargada de cafeína de dicho material graso y se recicla el material graso exento de cafeína para ulterior contacto con el material vegetal que contiene cafeína.

15. 15. Un procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado porque antes de reciclar el material graso exento de cafeína se ajusta el contenido de humedad de dicho material graso hasta un nivel que se encuentra sustancialmente en equilibrio con el contenido de humedad del material vegetal que contiene cafeína.

25. 16. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el material graso es aceite de alazor, aceite de soja, aceite de maíz, aceite de cacahuete, aceite de café, trioleína o aceite de manteca.

17. Un procedimiento para producir un material vegetal descafeinado.

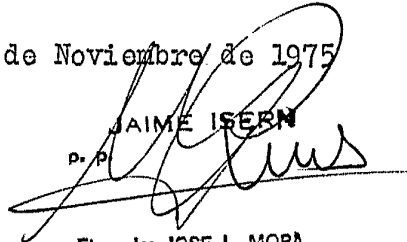
26 NOV



Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 31 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid a 26 de Noviembre de 1975

p.a.

JAIME ISEÑE
p. p.


Firmado: JOSE L. MORA