



ESPAÑA

ES	11	NUMERO	449620	AT
	21			
	22	FECHA DE PRESENTACION	7 JUL. 1975	

PATENTE DE INVENCION

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
	31	NUMERO			
		593.585	7 de julio de 1.975		EE.UU. de A.

43	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	100	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			A23F		

54	TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE UN ACEITE DE CAFE PURIFICADO Y ESTABLE.	

71	SOLICITANTE (S)
GENERAL FOODS CORPORATION	

DOMICILIO DEL SOLICITANTE	
250 North Street, White Plains, New York-10625, EE.UU. de A.	

72	INVENTOR (ES)
Mattew Hamell., Rex J. Sims., Jacob R. Feldman	

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
GOMEZ-ACEBO	

Desde hace tiempo se sabe que el material de café tostado constituye una fuente de aceite que es de utilidad como portador de aroma y que ha sido utilizado para la aromatización de café soluble. Sin embargo, se ha reconocido que el aceite de café contiene diversos compuestos, más principalmente ésteres de diterpeno, que hace que el aceite de café sea muy diferente de otros aceites vegetales, tal como aceite de algodón. De este modo, y debido a su color oscuro, distinto sabor y elevado contenido en diterpenos, el aceite de café no ha sido considerado como aceite vegetal comestible. Ahora, sin embargo, y a causa de la gran demanda con respecto al suministro mundial de aceites vegetales, se han considerado otras fuentes de suministro. Puesto que el aceite de café tostado es fácilmente obtenido a partir de café tostado, incluyendo moliendas de café tostado agotado o extractado con agua, que en la actualidad se consideran un producto residual de la industria del café soluble, en la actualidad está tomando incremento la consideración de convertir aceite de café tostado en bruto en un aceite comestible refinado o purificado. La purificación de aceite de café obtenido a partir de moliendas de café agotado, resulta también beneficioso para la finalidad de estabilidad ya que el aceite en bruto de moliendas agotadas es significativamente menos estable que el aceite precedente de café tostado sin extractar.

Igualmente, puede ser deseable utilizar una forma purificada de aceite de café en diversas técnicas de aromatización de café soluble puesto que el aceite de café purificado puede ser superior, desde un punto de vista organoléptico, al aceite de café en bruto como portador para aromáticos de café condensados, tales como aroma de gas del molino. Se ha encontra-

do que el aceite de café purificado combinado con aromáticos gaseosos condensados del molino, contiene menos casos de sabor a goma y sabor petroquímico que su contrapartida de aceite de café en bruto/gas del molino.

5 El aceite de café en bruto puede obtenerse utilizando métodos de extracción bien conocidos en la técnica, para obtener el aceite a partir de material de café tostado el cual puede encontrarse en forma de grano o en un estado pulverizado (por ejemplo, molido). El café tostado puede estar  
10 sin extractar o extractado con agua; reconociéndose que el café tostado molido, extractado con agua, suministrará la fuente más económica de aceite.

En general, en la técnica se emplean dos métodos básicos de extracción de aceite. El primero de ellos comprende  
15 un proceso de extracción líquida en donde se usan extractantes tales como hexano para separar el aceite de café del café tostado. En este proceso, el agente extractante, después del contacto con el café tostado, se separa para producir un residuo de aceite de café. Sin embargo, el proceso más común comprende  
20 exprimir el aceite de café a partir del café tostado sometiendo el café a condiciones de extrema presión. El producto de este proceso es denominado frecuentemente "aceite de café exprimido" y puesto que el aceite de café exprimido tiene la ventaja de  
25 no necesitar la adición de materiales extraños para obtener el aceite de café, con frecuencia se utiliza el aceite de café exprimido en el procesado de café.

El refinado convencional con álcalis, normalmente  
30 utilizado en la producción de aceites comestibles, no ha sido eficaz con aceite de café a causa de su elevado contenido en productos no saponificables. Sin embargo, se ha descrito un mé-

5 todo para el refino o purificación de aceite de café, tal como la técnica de destilación en alto vacío de la Patente USA No. 3.704.132. Sin embargo, se ha encontrado que el aceite de café purificado que comprende principalmente triglicéridos y que prácticamente está libre de ésteres de diterpeno, tiene una pobre estabilidad a la rancidez oxidativa.

10 En el caso de añadirse rápidamente aceite de café purificado fresco a café soluble, tal como mediante deposición por pulverización, la estabilidad resultante es satisfactoria durante un periodo de solo varias semanas aproximadamente. Si el aceite purificado se almacena durante un periodo antes de su empleo, se desarrolla rápidamente malos olores e incluso rancidez.

15 Esta invención se relaciona con un método para producir un aceite de café purificado y estable que está sustancialmente libre de ésteres de diterpeno, que comprende las etapas de: tratar el aceite de café para separar prácticamente todos los ésteres de diterpeno y poner en contacto el aceite de café tratado con antioxidantes naturales del café, efectuándose dicho contacto durante un tiempo suficiente para llevar a  
20 cabo la transferencia de los antioxidantes naturales del café al aceite.

25 El proceso de esta invención está dirigido al contacto del aceite de café purificado, es decir aceite de café que comprende principalmente triglicéridos y que está prácticamente libre de ésteres de diterpeno, con los antioxidantes naturales del café contenidos en los sólidos solubles de café. El aceite de café se puede purificar según las técnicas de refino, tales como destilación en alto vacío, destilación con  
30 vacío y vapor de agua o tratamiento con ácidos, o mediante se-

paración cromatográfica.

5 El contacto entre el aceite de café purificado y los antioxidantes se puede efectuar poniendo en contacto directamente el aceite con sólidos de café soluble tales como los contenidos en un extracto acuoso de café. El aceite se puede separar entonces de los sólidos solubles de café por medios adecuados, tal como centrifugado. Alternativamente, los antioxidantes naturales se pueden extraer primero de los sólidos solubles de café mediante un disolvente orgánico, tal como metanol, 10 y extraerse entonces del disolvente orgánico mediante el aceite purificado. Esta etapa de contacto estabiliza al aceite purificado contra el desarrollo de rancidez oxidativa mediante extracción en el aceite de al menos algunos de los antioxidantes encontrados naturalmente en los sólidos solubles de café. 15 Estos antioxidantes sustituyen a los separados del aceite durante el proceso de purificación y no son considerados como aditivos extraños o sintéticos.

20 Esta invención se relaciona específicamente con un procedimiento para estabilizar aceites de glicérido, en especial aceite de café purificado, contra la rancidez oxidativa por extracción de los antioxidantes naturales de extractos acuosos de café. El proceso de extracción comprende poner en contacto el aceite de café purificado con una solución acuosa de café, tal como sólidos reconstituídos de café soluble, y separar entonces las fases aceite y acuosa. 25

30 El contacto entre el aceite de café purificado y el extracto acuoso estará acompañado normalmente por cierto tipo de agitación, tal como mezclado o agitación. Naturalmente, el contacto debe realizarse durante un periodo de tiempo suficiente para llevar a cabo la transferencia de los antioxidantes

5 naturales del café desde la fase acuosa a la fase aceite. Como será evidente para los expertos en la técnica, el periodo de tiempo dependerá de factores tales como relación en volúmen entre la fase de aceite y fase acuosa, cantidad de agitación y temperatura durante el contacto. Se ha encontrado que resulta suficiente unos 30 minutos de mezclado vigoroso para asegurar una transferencia eficaz de antioxidantes desde la fase acuosa a la fase de aceite. Normalmente se utilizará al menos 10 minutos de contacto agitado.

10 Se sabe que el aceite de café en bruto, bien exprimido o bien extractado con disolventes a partir de material de café tostado, tal como granos de café tostado o moliendas de café agotado, contiene cantidades significativas de materiales de no glicéridos, más notablemente ésteres de diterpeno, tales como ésteres de cafestol y kahweol. Los métodos útiles para la purificación de aceite de café tostado en bruto, para 15 obtener un material compuesto principalmente de triglicéridos y practicamente libre de ésteres de diterpeno, son el tratamiento con ácidos minerales fuertes, separación cromatográfica, destilación con vacío y vapor de agua y destilación en alto 20 vacío. También se pueden emplear otros métodos.

25 En cada uno de estos métodos, puede ser deseable separar primeramente las fragancias aromáticas deseables del aceite en bruto, antes de la purificación. Medios adecuados para llevar a cabo esto son el empleo de presiones subatmosféricas y suaves temperaturas, como se describe en la Patente USA No. 2.947.634 de Feldmand et al. Estos aromáticos se pueden condensar y añadirse de nuevo a continuación al aceite de café purificado y estabilizado, o se pueden emplear para aromatizar café o productos similares al café, según cualquiera

de las formas que ya son conocidas por los expertos en la técnica. El aceite de café purificado y estabilizado, al cual se ha vuelto a añadir los aromáticos, será altamente adecuado para utilizarse en la aromatización de polvos de café soluble, tales como cafés secados por aspersion y liofilizados. Las técnicas adecuadas y bien conocidas para la combinación de aceite de café y aceite soluble, son la deposición por pulverización y la inyección.

Según el proceso de purificación por tratamiento con ácido, el aceite de café en bruto se pone en contacto directamente con un ácido mineral fuerte, anhidro, preferiblemente ácido sulfúrico concentrado o ácido fosfórico concentrado. Este contacto produce una reacción que causa la destrucción completa y separación de los ésteres de diterpeno en forma de un lodo negro, chamuscado, insoluble. Este precipitado se puede separar mediante filtración y/o centrifugado. En este caso, es necesario emplear una cantidad suficiente del ácido mineral (al menos 2 moles por cada mol de compuesto diterpenoide) para precipitar practicamente la totalidad de los diterpenos presentes en el aceite de café en bruto. Sin embargo, no es deseable el empleo de un exceso de ácido puesto que dicho exceso afecta al rendimiento de aceite de café purificado obtenido. Para ácido sulfúrico, este nivel será del orden de 3-10 partes (preferiblemente 5-6 partes) de ácido por cada 100 partes de aceite de café en bruto, en función de la cantidad de diterpenoides presentes en el aceite la cual, a su vez, dependerá de la mezcla de granos de café. En general, al menos 5 partes de ácido sulfúrico por cada 100 partes de aceite, suministrará la cantidad estequiométrica necesaria pero el rendimiento podrá ser afectado si se superan 5,5 partes de ácido sulfúrico.

El aceite, que contiene ahora solo ésteres de ácidos grasos comestibles, es destilado con vapor de agua, en vacío, para desodorizar el aceite purificado, separar ácidos grasos libres y proporcionar un sabor suave al aceite comestible. Si se desea, el aceite puede ser mezclado con arcilla blanqueante pulverizada y filtrarse a continuación para mejorar el color del aceite antes de la etapa de desodorización.

Otro método de purificación de aceite de café, comprende el empleo de técnicas convencionales de desodorización con vapor de agua y en vacío, utilizadas en la industria de aceites comestibles, a una gama de temperaturas críticas de 220 a 250°C. El empleo de altas temperaturas es necesario para disociar el enlace éster presente en los diterpenoides y hacer que los diterpenos sean volátiles bajo condiciones de vacío de 10 mm. o menos, es decir 0,1 a 1 mm. A temperaturas por debajo de 220°C, la necesaria disociación del enlace éster de los diterpenoides no se alcanza, o necesita más tiempo para producirse, y a temperaturas por encima de 250°C se presentan reacciones secundarias que perjudican a la operación de purificación. Puede utilizarse vapor de agua supercalentado para obtener la temperatura deseada del producto en el aceite. La separación prácticamente completa de los diterpenoides no se consigue durante al menos 12 horas y con preferencia se necesita un periodo de como mínimo 15 horas para obtener un aceite purificado.

Las técnicas de destilación en alto vacío son también útiles para la purificación de aceite de café, tal y como se describe en la Patente USA No. 3.704.132. Según esta patente, el aceite de café en bruto se destila primeramente a temperaturas que oscilan entre la temperatura ambiente y 115°C, a una presión de 0,1 a 60 mm, durante un tiempo de hasta 2 ho-

ras, con preferencia de 1 a 2 horas. Durante esta primera etapa de destilación, se separan la mayor parte de los materiales altamente volátiles contenidos en el aceite de café en bruto. Después de esta primera etapa de destilación, en la

5 cual el destilado es retenido para capturar algunas de las fragancias de aroma deseables o bien es desechado, el residuo se utiliza en la segunda etapa que comprende una segunda destilación en vacío. En esta segunda destilación en vacío, la temperatura oscila entre 115 y 240°C y la presión se mantiene a valores tan bajos como sean posibles, pero en cualquier caso la

10 presión debe ser inferior a 100 micras. Esta segunda etapa de destilación en vacío, se efectúa a temperaturas de 115 a 240°C a una presión máxima de 100 micras, durante un tiempo de 1 a 3 horas y media aproximadamente. Durante esta segunda etapa de

15 destilación, se destila una porción principal de los constituyentes indeseables contenidos en el aceite de café en bruto, cuya porción se desecha a continuación. Estos constituyentes indeseables incluyen los ésteres de diterpeno anteriormente descritos, otros ésteres de esteroles y compuestos aromáticos rancios y descompuestos. Después del término de la segunda destilación fraccionada antes descrita, se lleva a cabo una tercera destilación fraccionada. Durante esta tercera destilación fraccionada, se utilizan temperaturas de 240 a 310°C y el vacío se mantiene en valores de 10 a 20 micras de presión absoluta. La

20 tercera destilación fraccionada se continúa durante un periodo de 1 hora y media a 4 horas aproximadamente. Las temperaturas superiores a 310°C deben ser evitadas a causa de que a las condiciones de presión utilizadas, las temperaturas tan elevadas descompondrán al componente triglicérido deseable. El componente

25 triglicérido purificado se destila predominantemente en

30

esta tercera destilación fraccionada.

5                   Para obtener una fracción de triglicérido re-  
lativamente pura, puede emplearse una separación cromatográfi-  
ca utilizando un lecho fijo de alúmina activada como adsorbente.  
Con preferencia, el aceite será pasado a través del lecho adsor-  
bente mientras se disuelve en un medio líquido, tal como éter  
de petróleo.

Esta invención se ilustra adicionalmente, pero  
no se limita, por los siguientes ejemplos:

10

EJEMPLO 1

15

20

Granos de café tostado se exprimen en un husillo  
u otro tipo de prensa, a una presión de por lo menos  $350 \text{ kg/cm}^2$   
para obtener aceite de café en bruto. El aceite recuperado tenía  
una temperatura de aproximadamente  $100^\circ\text{C}$  y el residuo de harina  
de café tenía una temperatura comprendida entre  $75$  y  $150^\circ\text{C}$ . El  
aceite fue entonces clarificado para separar finos y residuos  
del aceite hasta un valor inferior de  $0,5 \%$ . Los constituyentes  
aromáticos volátiles del aceite exprimido fueron entonces desti-  
lados mediante evaporación a partir de una película en rápido  
movimiento del aceite formada sobre una superficie móvil a tem-  
peraturas de unos  $20$ - $50^\circ\text{C}$  y una presión inferior a  $25 \text{ mm}$  de  
mercurio. Los productos aromáticos fueron recogidos como una  
espuma en una trampa fría de nitrógeno líquido ( $-196^\circ\text{C}$ ),

25

30

En un vaso de precipitados se colocaron unos  
 $2961 \text{ g}$  del aceite de café desaromatizado y se añadieron  $148 \text{ g}$   
( $5 \%$  en peso) de ácido sulfúrico ( $98 \%$  de concentración) con  
agitación, en un periodo de  $5$  minutos. Se produjo una exoterma  
a  $45^\circ\text{C}$  y se separó un lodo negro. Se continuó la agitación du-  
rante  $60$  minutos hasta que la temperatura del aceite descendió  
a  $30^\circ\text{C}$ . A continuación, la mezcla fue diluida con un volumen

5 igual de éter de petróleo (p.e. 30-60°C) y se centrifugó durante 15 minutos a 5.000 RPM. La solución de éter fue decantada, el lodo se transfirió a un vaso de precipitados y se volvió a enlechar con 1 litro de éter de petróleo. Esta mezcla fue entonces centrifugada y las soluciones combinadas fueron filtradas con succión a través de un filtro de tierra de diatomeas. El disolvente fue destilado y el aceite residual se agitó durante 30 minutos a 90°C con 95 g de arcilla blanqueante. El aceite fue entonces desodorizado con vapor de agua y en vacío durante 4 horas a 210°C y una presión de 0,5 mm. El aceite se enfrió a 60°C bajo vacío con separación continua con vapor de agua antes de readmitirse aire. El rendimiento en aceite inodoro, suave, purificado, fue de 1.480 g o lo que es lo mismo una recuperación del 50 %.

15 La ausencia de los diterpenoides cafestol y kahweol se demostró por análisis del aceite de café purificado por vía de una técnica de cromatografía gas-líquido, cromatografía de capa fina y resonancia magnética nuclear. Por todos estos métodos, no se encontraron diterpenos en el aceite purificado con ácido sulfúrico.

#### EJEMPLO 2

25 Se trató aceite de café purificado con ácido sulfúrico concentrado como en el ejemplo 1 y a continuación fue evaluado como sigue, estando los valores peróxido registrados en relación directa con el desarrollo de olores dentro del aceite purificado:

<u>Matríz 1</u>	<u>Matríz 2 (control)</u>
80 g aceite purificado	80 g aceite purificado
75 ml H <sub>2</sub> O	75 ml H <sub>2</sub> O
25 g sólidos de café secados por aspersión	

Los sólidos de café se disuelven en H<sub>2</sub>O antes de la adición al matríz. Ambos matraces se inundan con CO<sub>2</sub>, se tapan y se agitan durante la noche con un sacudidor mecánico. A continuación, se centrifugan los contenidos para separar las fases. Las capas de aceite se decantan y se ensayan con y sin adición de BHT al 0,02 % con respecto a la estabilidad empleando el ensayo en horno Schaal (60°C). A partir del ensayo se obtienen los siguientes datos de valores peróxido:

	<u>Valores Peroxido (meq/kg)</u>				
<u>Días a 60°C</u>	<u>0</u>	<u>2</u>	<u>5</u>	<u>10</u>	<u>13</u>
Control	2	17	45	81	90+
Control (+BHT)	2	17	43	75	90+
Extracto	2	4	5	9	12
Extracto (+BHT)	2	4	4	8	11

El aceite de control (con o sin BHT) muestra un rápido incremento en valor peróxido y desarrolla un olor rancio en el espacio de unos cuantos días. El aceite de extracto retiene su olor suave incluso después de varios días en este ensayo acelerado. El BHT practicamente no proporciona protección adicional con respecto a la obtenida por la extracción.

### EJEMPLO 3

Porciones del aceite de control y del aceite de extracto del ejemplo 2 (ambas sin BHT) se combinan con aromáticos gaseosos del molino y se inyecta entonces en jarras de cristal que contienen polvo de café soluble secado por aspersion, a un nivel de 0,4 % de aceite en peso de polvo. Las jarras de cristal se sellan luego bajo una atmósfera inerte. Después de 8 semanas de almacenamiento a temperatura ambiente

y de 6 semanas a 35°C, el polvo recubierto con aceite de control se detecta como rancio, mientras que el polvo recubierto con aceite de extracto continúa permaneciendo estable después de 20 semanas tanto a temperatura ambiente como a 35°C.

5

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la producción de un aceite de café purificado y estable, prácticamente libre de ésteres de diterpeno, caracterizado porque comprende las etapas de:

5 (a) tratar el aceite de café para separar sustancialmente todos los ésteres de diterpeno, y

(b) poner en contacto el aceite de café tratado con antioxidantes naturales de café, realizándose dicho contacto durante un tiempo suficiente para llevar a cabo la transferencia de los antioxidantes naturales de café al aceite.

10

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los antioxidantes naturales de café están contenidos en un extracto acuoso de café desde el cual se transfieren.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque los ésteres de diterpeno se separan por medio de destilación de alto vacío, destilación con vapor de agua o contacto con un ácido mineral, fuerte, anhídrico.

15

4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque las fases de aceite y acuosa se separan después de la transferencia de los antioxidantes naturales de café.

20

5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque los ésteres de diterpeno se separan poniendo en contacto el aceite de café con un ácido mineral, fuerte, anhídrico, y separando el material precipitado.

25 6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque

el ácido mineral es ácido sulfurico o fosforico, concentrados.

7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque el aceite de café se pone en contacto con al menos 2 moles de ácido por cada mol de compuesto diterpenoide.

5 8.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque se separan las fragancias aromáticas del aceite de café antes de ponerlo en contacto con el ácido mineral.

10 9.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque las fragancias aromáticas separadas son condensadas y añadidas de nuevo al aceite de café purificado.

10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque el aceite de café purificado, que contiene de nuevo fragancias, se combina con material soluble de café.

15 11.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque el aceite de café tratado se pone en contacto con una solución acuosa de café preparada por reconstitución de sólidos de café soluble.

20 12.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el aceite de café se obtiene a partir de material de café tostado y extractado con agua.

13.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado porque el aceite de café se extrae del café tostado y extractado con agua.

14.- Procedimiento para la producción de un aceite de café purificado y estable, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 15 hojas escritas a máquina por una sola .

5

Madrid, - 5 OCT. 1976  
GENERAL FOODS CORPORATION.

GOMEZ ACEBO Y KNOX  
Firmador L. Geola Ferrández  
