

MINISTERIO DE INDUSTRIA  
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



451618

(10) ES	(11) NUMERO	(10) A 1
(21)		
(22)	FECHA DE PRESENTACION	
	3 - SET. 1976	

PATENTE DE INVENCION

(20) PRIORIDADES:	(32) FECHA	(33) PAIS
(31) NUMERO		
614.398	18 de septiembre de 1.975	Norteamérica.

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	A23F	

(64) TITULO DE LA INVENCION
Procedimiento para el descafeinado de café verde.

(71) SOLICITANTE (S)
GENERAL FOODS CORPORATION.

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

(72) INVENTOR (ES)

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE
GOMEZ-ACEBO.

El descafeinado corriente comercial de café se efectúa mediante la separación de la cafeína de todo el grado de café verde. Los granos son humedecidos y a continuación extractados con un disolvente que es relativamente específico para la cafeína. Los disolventes empleados comercialmente un disolvente de hidrocarburo clorado, tal como se describe en la Patente USA No. 3.671.263 de Patel et al, o bien es una solución en agua, deficiente en cafeína, de solubles de café, tal y como se describe en la Patente USA No. 2.309.092 de Berry et al.

En el proceso de descafeinado de la Patente USA No. 2.309.092, que se denomina normalmente sistema de extracción con agua (Nota: Sivetz, Coffee Processing Technology, Vol. 2, p. 208, AVI Publishing Co., Inc., 1963), el extracto de agua cargado de cafeína, resultante del contacto entre café verde que contiene cafeína y la solución en agua deficiente de cafeína, se extrae con disolvente al objeto de separar la cafeína. Normalmente, estos disolventes son los mismos hidrocarburos clorados que se utilizan en el proceso de extracción directa con disolvente, como se ejemplifica en la citada Patente No. 3.671.263.

Como resultado de la presencia de disolventes orgánicos, tales como hidrocarburos clorados, en los procesos comerciales de descafeinado de grano verde, los productos de café descafeinado, que se venden actualmente en forma tostada y molido o soluble, contienen al menos trazas de disolvente residual. Puesto que la presencia de compuestos clorados o de otros compuestos halogenados en productos alimenticios está sujeta a una continua regulación por parte gubernamental, sería deseable identificar y utilizar un disolvente no haloge-

nado para el descafeinado del café.

5 La principal característica de cualquier sistema de descafeinado de café, tal como en el descafeinado de granos enteros de café verde, consiste en identificar un disolvente no tóxico en el cual sea fácilmente soluble la cafeína y en el cual sean insolubles o escasamente solubles los sólidos de café distintos a la cafeína y cuyo disolvente se puede separar del café sin perjudicar o cambiar materialmente la composición química del grano.

10 Esta invención está relacionada con un método para el descafeinado de materiales de café verde, tales como granos de café verde enteros o molidos, utilizando succinato de dietilo como disolvente orgánico no halogenado para la cafeína. El succinato de dietilo se puede utilizar para separar  
15 directamente la cafeína del material de café verde o para separar la cafeína de un extracto acuoso del café verde.

La presente invención proporciona un método para el descafeinado de café verde, que comprende las etapas de: humedecer el café verde; poner en contacto el café verde  
20 con un disolvente de cafeína elegido del grupo consistente en succinato de dietilo y un extracto acuoso de café verde descafeinado por medio de succinato de dietilo; y tostar el café verde descafeinado.

25 El succinato de dietilo resulta útil para la extracción de la cafeína ya que es estable a la deterioración química en las gamas de temperaturas y pH normalmente utilizadas en el descafeinado, es esencialmente insoluble en agua, posee un olor no nocivo, es, debido a su baja inflamabilidad, mucho menos peligroso que los disolventes tales como acetato de etilo y está aceptado para utilizarse en alimentos. El suc-  
30

5 cinato de dietilo es biodegradable y es metabolizado en el cuerpo humano a ácido succínico y alcohol etílico. La solubilidad de cafeína en succinato de dietilo es equivalente a la solubilidad en tricloroetileno (1,04 v. 1,0 gms./100 cc.) y la selectividad del succinato de dietilo hacia la cafeína es considerada como aceptable.

10 Preferiblemente, el descafeinado se lleva a cabo como una operación en contracorriente semicontinua, en una operación en batería como se describe en las Patentes de Patel et al. y Berry et al anteriormente citadas. Normalmente, el proceso global de descafeinado comprende humedecer el café, extraer la cafeína del café, separar el disolvente residual del café en el caso de un sistema de extracción directa con disolvente y del extracto en agua extractado con disolvente en el caso de un sistema de extracción con agua, 15 y por último secar y enfriar el café. Estas etapas básicas son bien conocidas en la técnica del descafeinado.

20 En el proceso de esta invención, el café verde es humedecido. Esta humidificación se presentará como una etapa de pre-humectación por medio de vapor de agua y/o agua en un sistema disolvente directo, y como un aspecto inherente de la porción inicial del sistema de extracción con agua. El café humedecido se pone en contacto con un disolvente de cafeína que puede ser o bien succinato de dietilo o bien un extracto acuoso, deficiente en cafeína, de café verde que ha sido descafeinado por medio de succinato de dietilo. Los residuos de 25 disolvente de los granos descafeinados se mantendrán a un bajo nivel por medio de separación (por ejemplo separación con vapor de agua) de los granos descafeinados con disolvente o del extracto en agua descafeinado con disolvente. Normalmente, 30

el café descafeinado se enfria entonces y se seca. Sin embargo, puesto que el café verde debe tostarse eventualmente, es posible eliminar las etapas de enfriamiento y/o secado y enviar directamente el café descafeinado a un tostador. El café tostado resulta adecuado para emplearse o bien como café regular o bien para la extracción en la producción de café soluble.

La operación de humedecimiento comprende incorporar uniformemente agua en el café verde. Este agua se cree que hincha al café, solubiliza la cafeína y, en general, hace que pueda extractarse la cafeína del café verde. El humedecimiento puede estar acompañado por la adición de agua y mezclado del café, utilizando aire humidificado u otros gases y/o empleando vapor de agua. El método particular empleado para el humedecimiento del grano no constituye un factor crítico en tanto en cuanto se obtenga por todo el café una penetración uniforme y relativamente igualada del agua. El café puede ser humedecido en cualquier grado deseado, pero se ha encontrado que cuanto mayor sea el contenido en humedad del café más rápido será la extracción de la cafeína empleando un disolvente determinado. De éste modo, y si bien pueden emplearse contenidos en humedad de aproximadamente 15 hasta más del 50 %, se prefiere extraer café verde que tenga un contenido en humedad superior al 30 % de agua y con preferencia superior al 40 % de agua. En general, y cuando se utiliza el descafeinado directo con disolventes orgánicos, se combinará una etapa inicial de tratamiento con vapor de agua con una etapa de pre-humectación al objeto de conseguir el nivel deseado de humedad. Dicho procedimiento se describe en la citada patente de Patel et al., la cual indica también que se puede añadir simultáneamente con el disolvente orgánico la totalidad o parte del agua de pre-humectación.

5 Cuando se utiliza un sistema de descafeinado con agua, tal como el de Berry et al., no es necesario realizar una etapa de humedecimiento separada ya que el nivel de humedad del café se elevará, lógicamente, durante el contacto con el medio de extracción acuoso.

La extracción del café verde puede realizarse discontinua, semicontinua o continuamente.

10 Los parámetros importantes son el nivel deseado de descafeinado, la cantidad de disolvente utilizado y la temperatura del disolvente. Según esta invención, el disolvente empleado es succinato de dietilo o una solución en agua, deficiente en cafeína, de solubles de café verde, denominada normalmente "extracto de verde deficiente", cuya solución ha sido descafeinada por medio de succinato de dietilo. La extracción se ejecuta poniendo en contacto el café verde con el disolvente durante un periodo de tiempo suficiente para separar la cantidad deseada de cafeína. Durante la extracción, las temperaturas deben mantenerse a bajos niveles y el tiempo de extracción tiene que mantenerse en un valor tan pequeño como sea posible para reducir los cambios de sabor de los granos verdes y, naturalmente, reducir los costos de procesado. Es preferible mantener el disolvente de extracción a una temperatura de 0 a 100°C. La relación de disolvente a grano, utilizada durante la extracción, se elige para asegurar una rápida separación de la cafeína al mismo tiempo que se mantiene a un nivel económico la cantidad de disolvente a separar de cafeína, agua y sólidos distintos a la cafeína.

25 Una vez conseguido el grado deseado de descafeinado, el café verde se separa del disolvente y, en el caso de la extracción directa con disolvente, se separa del succinato

30

de dietilo residual. Los granos pueden ser secados entonces por cualquier medio convencional al objeto de evitar la degradación durante el ulterior almacenamiento. La etapa de secado particular utilizada debe ser aquella que reduzca al mínimo el efecto térmico sobre el café verde humedecido y descafeinado.

5

Además de las etapas básicas utilizadas durante la extracción, la cafeína contenida en el succinato de dietilo se separa normalmente del disolvente por técnicas convencionales, tales como evaporación y/o extracción líquido-líquido y cristalización. Generalmente, el disolvente recuperado se reciclará para extraer de nuevo cafeína y la cafeína separada puede ser purificada adicionalmente. Un proceso adecuado consistiría en evaporar inicialmente la mayor parte del disolvente, añadir agua a éste y evaporar el disolvente residual. La cafeína puede ser entonces cristalizada en la solución de agua.

10

15

El método preferido para practicar esta invención incluye un sistema semicontínuo de descafeinado con agua, tal y como se describe en la Patente USA No. 2.309.092 del 26 de enero de 1.943 de Berry et al. La cafeína se extrae con un líquido de extracción acuoso del café verde contenido en una batería de columnas de extracción conectadas en serie. A operación a régimen constante, las columnas de extracción contienen café verde de distintos grados de extracción y el proceso se realiza en contracorriente.

20

25

Durante la extracción, el líquido de extracción "verde, deficiente" se alimenta a la columna de extracción que contiene la mayor parte del café verde extractado, se pasa a través de la cafeína extractada del café y se pasa entonces de la columna a la columna de extracción que contiene la siguiente mayor parte del café verde extractado de la batería. De este modo,

30

el líquido de extracción pasa a través del café verde con una frescura en aumento, y aumentando con ello el contenido en cafeína y se extrae de la columna de extracción que contiene el café menos extractado de la batería durante este ciclo  
5 (constituyendo un ciclo el periodo entre las extracciones sucesivas de líquido de extracción de la columna fresca). El líquido de extracción "verde, rico" se procesa entonces para separar la cafeína según esta invención.

Tal y como describe Berry et al., al comienzo  
10 de un nuevo ciclo, el café verde más extractado en el ciclo anterior se descarga de la columna de extracción encontrándose en la forma descafeinada final deseada. Este café se procesa entonces adicionalmente a un café tostado y molido o a un café soluble según métodos bien conocidos en la técnica. El líquido  
15 de extracción "verde y deficiente" se alimenta entonces a la columna que contiene el café verde más extractado durante este ciclo, siendo este café el siguiente café más extractado del ciclo anterior y el proceso de extracción continúa con la carga de cafeína, siendo extraído el líquido de extracción "verde,  
20 rico" después de poner en contacto el café verde más fresco el cual es en general café verde previamente extractado. Los ciclos se continúan de este modo de manera que en cada ciclo sucesivo una columna determinada de café verde llegue a extraerse progresivamente más y por consiguiente a ser más deficiente  
25 en cafeína.

Según Berry et al., el líquido de extracción acuoso alimentado a la primera columna de extracción de la batería, conteniendo el café verde más extractado, es una solución en agua de solubles de café verde distintos a la cafeína.  
30 De este modo, se mantiene prácticamente un equilibrio dinámico

continuo entre los sólidos (distintos a la cafeína) del café verde y los sólidos del líquido de extracción. Este equilibrio inhibe la pérdida neta de solubles de café verde del café al agua circundante y, por consiguiente, el café verde descafeinado final contiene casi la cantidad normal de solubles distintos a la cafeína.

5

10

Naturalmente, y a medida que el líquido de extracción pasa a través de la batería de columnas de extracción, existirá progresivamente más carga de cafeína. Si bien pueden emplearse muchas concentraciones diferentes de estos solubles de café verde en el líquido de extracción, las concentraciones y otros factores operativos se eligen generalmente para conseguir, en los máximo posible, el equilibrio dinámico anteriormente indicado.

15

20

25

30

El equilibrio entre los sólidos solubles de café verde y los sólidos solubles del líquido de extracción, trabaja para reducir al mínimo cualquier gradiente de concentración de estos materiales, impidiendo con ello la transferencia de masa neta del café al líquido circundante. Puesto que la cafeína no está inicialmente presente en el líquido de extracción, se encuentra presente un gradiente adecuado para efectuar la extracción de la cafeína del café verde al líquido de extracción. En la actualidad, el equilibrio dinámico es más adecuadamente descrito como velocidades iguales de transferencia de masa. De este modo, y si bien el resultado neto ideal es evitar practicamente una reducción de la cantidad original de solubles distintos al café en el café verde, dicha prevención es el resultado de una combinación de evitar la pérdida natural de solubles del café verde en combinación con el reemplazamiento de solubles del líquido de extracción a una velo-

cidad igual a la velocidad de pérdida de solubles del café verde.

5 En la Patente de Berry et al., el líquido de extracción acuoso retirado de la columna de extracción que contiene el café verde menos extractado (es decir "extracto verde rico") contiene cafeína y solubles verdes que o bien están presentes en el líquido de alimentación original o bien se han extractado del café verde. El líquido de extracción es separado de la cafeína por medio de un disolvente y el disolvente que contiene cafeína se elimina del extracto acuoso. El extracto acuoso esencialmente libre de cafeína ("verde y deficiente") puede entonces reciclarse, normalmente con la adición de agua, y después de la separación con vapor de agua, a la batería de columnas de extracción.

15 Según esta invención, el extracto verde rico es descafeinado por medio de succinato de dietilo. Con preferencia, se utiliza un contacto directo entre el extracto verde y rico y el succinato de dietilo en un extractor líquido-líquido, tal como un contactor rotativo; sin embargo; pueden emplearse similarmente métodos de contacto indirectos tales como ultrafiltración o diálisis.

#### EJEMPLO

25 Se obtiene extracto verde, rico, conteniendo aproximadamente 30 % en peso de sólidos de café verde, a partir de un sistema de descafeinado con agua en etapas múltiples, en contracorriente, comercial, tal y como se indica en la Patente USA No. 2.309.092 de Berry et al. Se colocan 900 ml de este extracto en un matríz Erlenmeyer de 2000 ml junto con 900 ml de succinato de dietilo. El matríz se sujeta en un sacudidor de pulsera y se sacude durante un periodo de 50 minutos

30

mientras se sumerge el matr az en un ba o de agua caliente (90 C).

5 A continuaci n, se decanta el succinato de dietilo del extracto verde. Despu s del procedimiento anterior, se llevan a cabo nueve extracciones adicionales de la muestra de 900 ml del extracto verde, empleando en cada extracci n 900 ml de succinato de dietilo fresco. El an lisis de cafe na del extracto verde demuestra los siguientes resultados para la reducci n del porcentaje de peso de cafe na con relaci n al peso de extracto verde:

	<u>% Cafe�na</u>
Extracto rico (Control)	1,04
Despu�s 1� extracci�n	0,73
Despu�s 5� extracci�n	0,14
Despu�s 10� extracci�n	0,07

15 Despu s de la d cima extracci n, el extracto verde se enf a a 4,4 C y se centrifuga para separar cualquier succinato de dietilo dispersado. El succinato de dietilo residual se separa entonces con vapor de agua del extracto verde en un aparato de vac o con inyecci n de vapor de agua, de una sola etapa, que contiene inicialmente 1.950 ml de extracto verde y que utiliza 11,7 kg de vapor de agua y un tiempo de separaci n de 12,5 horas. Seg n el an lisis del extracto verde, se encuentra un nivel residual de succinato de dietilo inferior a 5 ppm.

25 El extracto verde descafeinado se ajusta a una concentraci n en s lidos del 20 % y se utiliza para el descafeinado de 800 g de granos verdes colombianos en un bombo Parr de 2 litros, bajo las siguientes condiciones: tiempo de paso de 1 hora, temperatura de 76 a 82 C, 8 procesos totales y 800 ml de extracto verde deficiente, fresco, por paso. Despu s de la extracci n, el residuo de extracto verde se separa de los granos

30

5 en una centrifuga de cesto y los granos son secados hasta un  
contenido en humedad del 10 % en un secador de lecho fluidi-  
ficado a una temperatura de 65,5°C durante 2 horas. Los granos  
descafeinados resultan contener 0,113 % en peso de cafeína,  
y se tuestan en un tostador Probat (marca registrada) de 0,45  
kg hasta un color tostado medio y a continuación se mezcla  
para producir una bebida de café la cual, y según se puede  
apreciar, no exhibe diferencia de sabor alguno con respecto  
10 a una bebida preparada a partir de granos (conteniendo 0,051 %  
en peso de cafeína) comparativamente tostados y descafeinados  
con un extracto verde de 20 % de sólidos que había sido des-  
cafeinado mediante contacto directo con tricloroetileno en  
una columna de extracción líquido-líquido a escala comercial  
(contactor de discos rotativos).

15 Describa 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 al-  
teren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para el descafeinado de café verde, caracterizado porque comprende las etapas de

- 5 (a) humedecer el café verde;
- (b) poner en contacto el café verde con un disolvente para la cafeína elegido del grupo consistente en succinato de dietilo y un extracto acuoso de café verde descafeinado por medio de succinato de dietilo; y
- (c) tostar el café verde descafeinado.

10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el disolvente para la cafeína es succinato de dietilo.

15 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el disolvente para la cafeína es un extracto acuoso de café verde descafeinado por medio de succinato de dietilo.

4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque el extracto acuoso se pone en contacto directamente con succinato de dietilo.

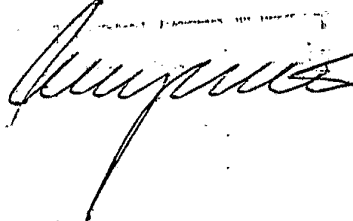
20 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el contacto se realiza en un extractor líquido-líquido.

25 6.- Procedimiento para el descafeinado de café verde, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 13 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 17 SEI 1978

GENERAL FOODS CORPORATION.

A handwritten signature in cursive script, appearing to read 'G. J. ...', is written over the typed name 'GENERAL FOODS CORPORATION'.