



ESPAÑA

19 ES	21	NUMERO	10 A1
		459165	
22		FECHA DE PRESENTACION	
		26 MAYO 1977	

Caso O.Z. 1010/31

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
690.732	27 Mayo 1976	U.S.A.
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	A23F 1/10	
64 TITULO DE LA INVENCION		
"UN PROCEDIMIENTO PARA DESCAFEINAR UN EXTRACTO ACUOSO QUE CONTIENE CAFEINA DE UN MATERIAL VEGETAL"		
71 SOLICITANTE (S)		
SOCIETE DES PRODUITS NESTLÉ S.A.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
VEVEY (Suiza)		
72 INVENTOR (ES)		
Geoffrey MARGOLIS Dean Frederick RUSHMORE		Richard TIEN-SZU LIU Charles Hal ANDERSON
73 TITULAR (ES)		
SOCIETE DES PRODUITS NESTLÉ S.A.		
74 REPRESENTANTE		
D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial		

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a la descafeinación de extractos acuoso de materiales vegetales.

- Desde hace tiempo existe una demanda reconocida
5. de la descafeinación de materiales vegetales, particularmente bebidas tales 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 cloroformo, cuyos disolventes se ponen en contacto con el material vegetal o con un extracto acuoso de
10. éste. Cuando se ha transferido suficiente cafeína al disolvente se separa la solución resultante de cafeína de forma que se permita una ulterior elaboración del material o extracto descafeinado.
15. Una técnica para utilizar materiales grasos para la separación de cafeína de, entre otros, extractos acuosos, conteniendo cafeína se describe en la solicitud de patente alemana N^o 2548916. En resumen, esta técnica implica poner en contacto el material graso líquido inmiscible en agua
20. con el extracto acuoso de material vegetal, manteniendo estos líquidos en contacto durante un período de tiempo suficiente para aproximarse o alcanzar el equilibrio de distribución de cafeína, y separar luego los dos líquidos. Con esta secuencia la cafeína inicialmente presente en el extracto acuoso se transfiere parcialmente al material graso. Luego, una
25. vez separado el material graso cargado de cafeína el extracto exhibe una concentración correspondientemente reducida de cafeína.

Sin embargo, de conformidad con el presente inven-

- to se ha descubierto que el empleo de temperaturas elevadas mientras que el material graso y el extracto acuoso se encuentran en contacto, no solo mejora sustancialmente la eficacia de la descafeinación, sino que adicionalmente no ocasiona efectos de sabor adversos que de otro modo podrían esperarse. Ventajosamente puede obtenerse superiores coeficientes de distribución de cafeína y mayor facilidad de separación de los dos líquidos inmiscibles en fases separadas cuando estos líquidos se mantienen a temperatura elevada durante el tiempo que se encuentran en contacto y luego se separan en sus fases respectivas. De este modo se reduce o se evita la inclusión o atrapamiento de un líquido en el otro, de lo que resulta la retención de cantidades de uno de los líquidos en la fase del otro. Con la expresión "inclusión" se designa el fenómeno con el que un líquido se dispersa esencialmente de forma uniforme en forma de gota en la fase del otro líquido. Si bien menos estable que las emulsiones, estos productos atrapados requieren normalmente etapas adicionales para resolverlos.
- 5.
- 10.
- 15.

- El presente invento proporciona, por consiguiente, un procedimiento para la descafeinación de un extracto acuoso que contiene cafeína de un material vegetal que comprende:
- 20.
- a) poner en contacto el extracto acuoso con un material líquido y graso inmiscible en agua;
- b) mantener el extracto acuoso y el material graso en contacto durante un tiempo suficiente para transferir la cafeína del extracto acuoso al material graso; y
- 25.
- c) separar el material graso cargado con cafeína del extracto acuoso, en donde el material graso líquido

y el extracto acuoso se encuentran o se llevan a una temperatura de, por lo menos, alrededor de 65° C mientras se mantienen en contacto.

- Por "material graso", tal como aquí se utiliza,
5. se entiende cualquier grasa animal o vegetal o aceites o mezclas o fracciones de éstos que son líquidos a temperaturas de alrededor de 65° C (y superiores). Estos materiales grasos están constituidos, normalmente, por ésteres de ácidos grasos, usualmente ésteres de glicerol, y pueden utilizarse en su forma natural o en aquellas formas resultantes
10. de tratamientos convencionales tal como se conoce en el arte. Desafortunadamente los materiales grasos son esencialmente no disolventes para los constituyentes no cafeínicos del material vegetal.
15. Por ejemplo, los materiales grasos pueden ser grasas o aceites insaturados o saturados. De modo análogo, quedan comprendidos dentro del alcance de este invento los aceites sin refinar o convencionalmente refinados así como aceites con o sin aditivos normales tales como antioxidantes y
20. conservadores. Sin embargo se prefiere que los materiales grasos estén exentos, esencialmente, de agentes tensoactivos, ya sean naturales o adicionados. Estos materiales pueden estabilizar emulsiones que se forman con la agitación del material graso líquido y el extracto acuoso y aumenta,
25. por consiguiente, la dificultad de etapas tales como separación de líquido-líquido. Se prefieren particularmente los materiales grasos comestibles, incluyéndose, por ejemplo, aceite de alazor, aceite de soja, aceite de maíz, aceite de cacahuete, aceite de oliva, aceite de café, trioleína

(éster de ácido oleico de glicerol) y manteca.

- Los extractos que contienen cafeína y que han de descafeinarse de conformidad con el presente invento son extractos acuosos de materiales vegetales tales como café tostado, café en verde y té. En el caso de café tostado y té, son los solubles que quedan en los extractos después de la descafeinación los que se elaboran adicionalmente para proporcionar productos bebibles.
- 5.

- Con el café en verde se utiliza una solución acuosa para separar selectivamente la cafeína de los granos en verde. La extracción preferida de la cafeína del café en verde puede llevarse a cabo con el empleo, por ejemplo, de recirculación acuosa cerrada en la forma expuesta en la patente estadounidense nº 2.309.092 de Berry y col., cuya descripción se incorpora aquí como referencia, como si se expusiera en toda su extensión, para describir dicho procedimiento. Luego se descafeina el extracto acuoso con material graso mientras que los granos verdes descafeinados, después de tostado subsiguiente, etc., se convierten en un producto de bebida ingerible.
- 10.
- 15.
- 20.

- Se prefiere el tratamiento de un extracto de un material vegetal tal como café o té tostado que contenga saborizantes sensibles y volátiles para evitar su pérdida. Así pues, antes de la descafeinación es deseable aislar aromas volátiles, por ejemplo, mediante destilación del extracto fresco con vapor, convenientemente siguiendo técnicas conocidas. Los volátiles aislados pueden devolverse al extracto o producto en una etapa posterior.
- 25.

La transferencia de cafeína de un extracto acuoso

de material vegetal a un material graso depende parcialmente del coeficiente de distribución de cafeína entre los dos líquidos. El valor del coeficiente de distribución de cafeína varía con los líquidos particulares y las condiciones inherentes. Este refleja las afinidades relativas del material graso y extracto acuoso para la cafeína y se define mediante la relación de equilibrio siguiente:

5.

$$\text{Coeficiente de Distribución} \equiv \frac{\text{Concentración de cafeína en fase grasa}}{\text{Concentración de cafeína en fase acuosa}}$$

10.

En conexión con el coeficiente de distribución, las cantidades relativas de los dos líquidos controlan el peso total de la cafeína transferida entre ambos.

15.

De conformidad con el invento la transferencia de cafeína se efectúa a una temperatura elevada de alrededor de 65° C o superior. Se ha encontrado que los constituyentes del sabor de extracto de café y de té son suficientemente estables a temperaturas por encima de 65° C para permitir tiempos de retención de hasta unas 3 horas, si bien se prefiere menos de alrededor de 1 hora. A temperaturas todavía superiores aumentan las ventajas de este invento y es también posible utilizar, correspondientemente, tiempos de elaboración más breves a estas elevadas temperaturas. No se deriva ventaja sustancial alguna con el mantenimiento de los dos líquidos a una temperatura superior a alrededor de 150° C

20.

mientras que están en contacto y, por consiguiente se prefieren temperaturas en la gama de alrededor de 65° C a 150° C.

25.

Una vez que se ha separado el extracto acuoso de la fase grasa, la fase acuosa, deseablemente, se seca o se enfría, apropiadamente por debajo de alrededor de 30° C, tan pronto

como es posible como una precaución contra la pérdida y degradación del sabor.

5. Resulta innecesario que el extracto acuoso y el material graso se encuentren a estas temperaturas elevadas antes de mantenerse en contacto y luego separarse. Estos pueden, por ejemplo, ponerse en contacto a temperatura inferior y luego calentarse hasta esta gama. De modo análogo, por ejemplo, el extracto a una temperatura inferior puede ponerse en contacto con material graso de una temperatura suficiente para
10. llevar ambos líquidos dentro de la gama de temperatura deseada durante el tiempo que éstos se mantienen en contacto.

15. Hasta ahora se conoce que la temperatura afecta al coeficiente de distribución de la cafeína. Por ejemplo, en la solicitud de patente alemana anteriormente indicada se ofrecen coeficientes de distribución a distintas temperaturas. Sin embargo, la relación expuesta comprende únicamente temperaturas de 20° y menores, y el coeficiente de distribución a estas temperaturas puede aumentar o disminuir con la temperatura según el material graso específico utilizado.
20. Sin embargo, con las temperaturas elevadas de este invento se han observado diferencias sustancialmente mayores, que son siempre aumentos en el coeficiente de distribución de cafeína.

25. La relación notablemente aumentada de la transferencia de cafeína del extracto acuoso al material graso mejora sustancialmente la eficacia del procedimiento de descafeinación. La concentración de cafeína en el material graso inicialmente pobre en cafeína aumenta rápidamente y alcanza su valor de equilibrio. Esto permite la transferencia de cafeína en tiempos de contacto de líquido-líquido tan breves como

de unos pocos segundos, si bien se prefiere un tiempo de contacto de, por lo menos 2 minutos cuando se opera a escala comercial.

- Por los normalmente expertos en el arte son fácilmente determinables los límites máximos apropiados de temperatura y tiempo de contacto del material graso con el extracto acuoso, teniendo en cuenta los medios mecánicos utilizados para mantener y luego separar los dos líquidos. Así pues, por ejemplo, cuando se persiguen elevados grados de descafeinación mediante adiciones de etapas múltiples de extracto con material graso, el contacto repetido y las etapas de separación puede consumir una cantidad sustancial de tiempo de elaboración. Por otra parte una técnica de descafeinación de una sola etapa utilizando una columna de extracción a contra-corriente o aparato similar con un elevado número de placas o etapas teóricas puede permitir tiempos de elaboración globales mucho más breves.
5. to determinables los límites máximos apropiados de temperatura y tiempo de contacto del material graso con el extracto acuoso, teniendo en cuenta los medios mecánicos utilizados para mantener y luego separar los dos líquidos. Así pues, por ejemplo, cuando se persiguen elevados grados de descafeinación mediante adiciones de etapas múltiples de extracto con material graso, el contacto repetido y las etapas de separación puede consumir una cantidad sustancial de tiempo de elaboración. Por otra parte una técnica de descafeinación de una sola etapa utilizando una columna de extracción a contra-corriente o aparato similar con un elevado número de placas o etapas teóricas puede permitir tiempos de elaboración globales mucho más breves.
10. de adiciones de etapas múltiples de extracto con material graso, el contacto repetido y las etapas de separación puede consumir una cantidad sustancial de tiempo de elaboración. Por otra parte una técnica de descafeinación de una sola etapa utilizando una columna de extracción a contra-corriente o aparato similar con un elevado número de placas o etapas teóricas puede permitir tiempos de elaboración globales mucho más breves.
15. de adiciones de etapas múltiples de extracto con material graso, el contacto repetido y las etapas de separación puede consumir una cantidad sustancial de tiempo de elaboración. Por otra parte una técnica de descafeinación de una sola etapa utilizando una columna de extracción a contra-corriente o aparato similar con un elevado número de placas o etapas teóricas puede permitir tiempos de elaboración globales mucho más breves.

- Con medios de elaboración eficaces que permitan breves períodos de contacto es posible utilizar temperaturas de, por ejemplo, alrededor de 150°C (cuando la temperatura excede de 100°C se requirieron, evidentemente, condiciones apropiadas de presión superatmosférica para mantener los materiales en forma líquida) Sin embargo, normalmente, se prefieren temperaturas comprendidas entre alrededor de 75° y 120° C. Son todavía más preferidas temperaturas comprendidas entre alrededor de 85° y alrededor de 100° C y no requirieron presión para mantener el material graso y extracto acuoso en forma líquida.
20. de adiciones de etapas múltiples de extracto con material graso, el contacto repetido y las etapas de separación puede consumir una cantidad sustancial de tiempo de elaboración. Por otra parte una técnica de descafeinación de una sola etapa utilizando una columna de extracción a contra-corriente o aparato similar con un elevado número de placas o etapas teóricas puede permitir tiempos de elaboración globales mucho más breves.
25. de adiciones de etapas múltiples de extracto con material graso, el contacto repetido y las etapas de separación puede consumir una cantidad sustancial de tiempo de elaboración. Por otra parte una técnica de descafeinación de una sola etapa utilizando una columna de extracción a contra-corriente o aparato similar con un elevado número de placas o etapas teóricas puede permitir tiempos de elaboración globales mucho más breves.

Otro factor que, en conexión con los anteriormente descritos, afecta la eficacia de la descafeinación es la concentración de sólidos solubles del extracto acuoso.

- El aumento de la concentración de sólidos del extracto acuoso también disminuye la tendencia a formar emulsiones con el material graso. A una concentración del extracto de, por ejemplo, 45% de sólidos solubles en peso se ha encontrado que se reducen materialmente o eliminan los problemas de formación de emulsión que de otro modo podrían interferir con la separación del material graso del extracto acuoso. Además estas emulsiones que pueden formarse durante la descafeinación de estos extractos con elevado contenido de sólidos son de estabilidad sustancialmente disminuida. Los dos líquidos pueden así resolverse fácilmente en fases independientes y distintas siguiendo técnicas convencionales.
- 5.
- 10.

- A concentraciones de extracto particularmente elevadas puede producirse mayor inclusión, a diferencia de la formación de emulsión, con la mezcla íntima del extracto acuoso y material graso. Por consiguiente se evitan, de preferencia, concentraciones de extracto superior a alrededor del 55% en peso. Sin embargo esto no significa que todavía concentraciones de extracto superiores sean inoperables. Pueden utilizarse concentraciones de hasta alrededor del 70%, particularmente a las temperaturas más elevadas de este invento. Se ha encontrado que el atrapamiento que puede producirse a estas concentraciones se supera fácilmente sometiendo, por lo menos, la fase separada de material graso (y de preferencia también el extracto acuoso) a una etapa de purificación simple, tal como centrifugación.
- 15.
- 20.
- 25.

Esta purificación de las fases separadas puede llevarse a cabo normalmente después que el extracto ha alcanzado el grado de descafeinación deseado final (normalmente, por

ejemplo, alrededor del 97% para el café). Alternativamente, el extracto y/o material graso puede purificarse de líquido incluido después de cualquiera, o cada uno, de los ciclos de descafeinación.

5. Se prefiere, por consiguiente, que la concentración de sólidos solubles en el extracto acuoso de material vegetal esté comprendida entre alrededor del 30% y 70% en peso. Sin embargo, mas preferentemente, se utilizan concentraciones de alrededor del 35 al 55% para maximizar la eficacia de separación de cafeína y minimizar los efectos de la inclusión.

10. Los efectos de la temperatura de contacto y concentraciones de sólidos del extracto acuoso están inter-relacionados. Los extractos acuoso con concentraciones superiores a alrededor del 40% (con alguna variación dependiente de la clase particular o mezcla de material vegetal extraído) son de mas difícil descafeinación a la temperatura del ambiente. Por ejemplo, los extractos a temperatura del ambiente de café tostado tienen una concentración de sólidos de alrededor del 40% con viscosidad y tensiones superficiales que tienden a interferir con su íntima combinación con el material graso. Sin embargo, a las temperaturas elevadas de descafeinación de este invento se ha encontrado que se obtiene la combinación efectiva y descafeinación de los extractos.
15. Así pues, en adición a las otras ventajas obtenidas con el empleo de las temperaturas superiores del presente invento, éstas promueven también características físicas que permiten una transferencia mas rápida y cuantitativa de la cafeína del extracto al material graso.
- 20.
- 25.

- Una ventaja adicional de este invento estriba en la flexibilidad de elaboración aumentada. A las temperaturas elevadas aquí descritas y particularmente en donde se utilizan también concentraciones de sólidos de extracto superiores, es factible utilizar medios mas eficaces para poner en contacto el material graso y el extracto acuoso. La propensión disminuida de estos líquidos a formar emulsiones estables permite una agitación mejorada o medios similares para poner en contacto de forma mas íntima los líquidos, aumentando por consiguiente la velocidad de descafeinación sin detrimento indebido correspondiente de la facilidad de separación.
- 5.
- 10.

- En una modalidad preferida de este invento, para la preparación de extractos descafeinados de café tostado, el extracto acuoso tiene un contenido de cafeína igual a por lo menos el 5%, mas deseablemente de al menos el 6% en peso del total de sólidos solubles presentes. Los extractos con estos contenidos de cafeína se preparan, convenientemente, extrayendo el café con medio acuoso a temperaturas relativamente bajas, normalmente no superiores a 120° C, por ejemplo en la gama de 90-120° C. A estas temperaturas se extrae toda la cafeína presente, pero solo una parte de los sólidos no cafeínicos, por lo que el contenido de cafeína del total de sólidos extraído es superior. Los extractos se concentran, preferentemente, al contenido de sólidos solubles superior previamente descrito antes de la descafeinación, mientras que el café puede someterse a una segunda extracción a temperaturas superiores, de preferencia de, por lo menos, alrededor de 140° C. A continuación puede adicionarse el segun-
- 15.
- 20.
- 25.

do extracto, de preferencia después de concentración, al extracto descafeinado a baja temperatura. De este modo puede producirse un extracto descafeinado de composición convencional, aún cuando solo parte de sus constituyentes se haya sometido a descafeinación.

5.

Una modalidad opcional ulterior del invento implica la destilación de los componentes no cafeínicos del extracto del material graso separado que contiene cafeína. Si bien los disolventes de cafeína grasos utilizados en este invento son esencialmente selectivos para la cafeína, éstos pueden separar también cantidades menores de otros constituyentes del material vegetal a partir de extractos acuosos. Algunos de estos constituyentes pueden merecer su recuperación para la devolución subsiguiente al extracto descafeinado.

10.

15.

La destilación de aromas volátiles del material graso disolvente de cafeína puede ser una alternativa o un suplemento al tratamiento anterior preferido ya expuesto del extracto acuoso para separar los aromas volátiles. En general solo en la descafeinación de extractos de té merece recuperación los aromas no volátiles contenidos en el material graso.

20.

La destilación de los constituyentes del extracto del material graso separado puede llevarse a cabo sometiendo el material graso a condiciones de temperatura y presión selectivamente suficientes para su vaporización. Las condiciones preferidas de destilación son de alrededor de 85 a alrededor de 125° C con presiones correspondientes de alrededor de 1 a alrededor de 150 mm de Hg. Estas condiciones permiten la separación de los constituyentes saborizantes que pueden

25.

luego recogerse, por ejemplo mediante condensación.

El invento se ilustra por medio de los ejemplos siguientes, en donde, a menos que se indique de otro modo, los porcentajes y proporciones se expresan en peso.

5. EJEMPLO 1.

10. Un extracto acuoso de granos de café tostados y molidos preparado a temperaturas de extracción de 160°C, a lo sumo, y con una concentración de sólidos solubles del 17% se destila con vapor para separar los aromas volátiles. El extracto destilado se somete luego a evaporación por vacío para aumentar su concentración de sólidos hasta el 45,8% en peso. Luego se introduce el extracto en el sistema de descafeinación.

15. El sistema de descafeinación está constituido por seis etapas conectadas en serie, estando constituida cada etapa por una mezcladora en línea estática para poner en contacto aceite de maíz y extracto, conectada a una columna vertical con camisa para separación por gravedad de estos líquidos combinados.

20. Este sistema se opera para el paso a contracorriente de las corrientes de material graso y extracto. Se introduce en el sistema el extracto fresco y el material graso fresco y se extrae del sistema material graso cargado de cafeína y extracto descafeinado. Se proveen bombas, tuberías y válvulas apropiadas.

25. El extracto (a 90°C) se alimenta a la mezcladora a 120 g por minuto y se alimenta aceite de maíz (también a una temperatura de 90°C) a la mezcladora a 1,7 kg por minuto. Después de alcanzarse una operación de estado estable,

5. el tiempo de residencia del extracto en el sistema de descafeinación es de aproximadamente 45 minutos. El extracto se mantiene a 90° C mientras que se combina con el material grueso en cada mezcladora estática durante unos 2 minutos y se deja reposar en cada columna separadora durante unos 5 minutos.

10. El extracto que sale del sistema de descafeinación se analiza y muestra un contenido de cafeína de menos del 3% del contenido en el extracto original. Después de la reincorporación de los aromas volátiles destilados antes de la descafeinación, se seca por pulverización el extracto para producir un polvo de café instantáneo. Mediante reconstitución con agua el polvo da una bebida descafeinada de aroma comparable con los productos que se encuentran en el comercio.

15. EJEMPLO 2.

El extracto destilado del ejemplo 1 se concentra mediante evaporación en vacío hasta una concentración de sólidos solubles del 45% en peso. Luego se conduce el extracto al sistema de descafeinación.

20. El sistema de descafeinación está constituido por una columna de extracción vertical a contracorriente que tiene un empaquetado interno compuesto por placas circulares horizontales fijadas sobre un árbol vertical alternativo. La columna tiene una longitud de 2,2 metros y un diámetro interno de columna y placa de 5 centímetros.

25. Se alimenta aceite de café a 90° C en el fondo de la columna a una velocidad de 445 cc/min. El extracto, también a 90° C, se alimenta por la parte superior de la columna a una velocidad de 30 cc/min, para una relación ponderal de

aceite a extracto de 15:1. Los dos líquidos mientras se encuentran en la columna tienen una temperatura de 90°C.

5. Después de obtenerse una operación estable de la columna, el extracto que sale por el fondo de la columna se centrifuga para separar el aceite incluido.

El análisis del extracto centrifugado muestra el grado de descafeinación de alrededor del 97%. Luego se combina el extracto con aromas volátiles separados antes de la descafeinación y se seca mediante pulverización. Después de reconstitución con agua, la bebida resultante tiene un sabor sustancialmente igual que el de productos que se encuentran en el comercio.

EJEMPLO 3.

15. Los efectos de la concentración de sólidos del extracto acuoso y temperatura sobre la descafeinación se ilustran en las Tablas que siguen. Una parte en peso de extractos conteniendo las concentraciones indicadas de sólidos solubles se dispone en embudos separadores y se adicionan 15 partes en peso de aceite de maíz, encontrándose los materiales a las temperaturas indicadas. Cada embudo se sacude 20 veces durante un intervalo de 40 segundos y se sumerge en un baño de agua mantenido a la misma temperatura. Los embudos se mantienen en el baño durante una hora para asegurar la separación de las dos fases líquidas.

20. La facilidad y eficacia de la separación de las dos fases se refleja mediante el tiempo requerido para la aparición de una interfase distinta entre los dos líquidos, con la inspección visual para la emulsión y mediante cromatografía de capa delgada para la inclusión. Los resultados se exponen

on las tablas siguientes:

TABLA 1 †

	Concentración de sólidos de extracto de café	Temperatura	Tiempo de separación	Comentarios
5.	5,5%	20° C	35 - 45 min	Emulsión
	5,5%	90° C	4 - 6 min.	--
	17 %	20° C	45 - 55 min.	--
	17 %	90° C	4 - 5 min.	--
10.	30 %	20° C	35 - 40 min.	--
	30 %	90° C	4 - 5 min.	--
	49 %	20° C	30 - 35 min.	Inclusión sustancial
	49 %	90° C	3 - 4 min.	--
15.	64 %	20° C	8 - 12 min.	Inclusión
	64 %	90° C	3 - 5 min.	Inclusión

† El extracto del café tostado y molido se preparó mediante extracción a contracorriente utilizando una corriente acuosa con una temperatura inicial de 170° C y una temperatura final de alrededor de 100° C. Luego se diluyó el extracto e se concentró mediante evaporación en vacío, según lo requerido, para alcanzar la concentración de sólidos indicada.

20.

TABLA 2 ++

	Concentración de sólidos de extracto de café	Temperatura	Tiempo de separación	Comentarios
5.	5%	20° C	30 - 35 min.	Emulsión
	5%	90° C	4 - 6 min.	--
	30%	20° C	35 - 45 min.	--
	30%	90° C	4 - 5 min.	--
	44%	20° C	30 - 35 min.	Inclusión
10.	44%	90° C	3 - 4 min.	--

++ El extracto del café tostado y molido se preparó mediante extracción en contracorriente utilizando una corriente acuosa con una temperatura inicial de alrededor de 110° C y una temperatura final de alrededor de 100° C. Luego se diluyó el extracto o se concentró mediante evaporación en vacío.

TABLA 3 +++

	Concentración de sólidos de extracto de café	Temperatura	Tiempo de separación	Comentarios
20.	21%	20° C	45 - 60 min.	Inclusión sustancial, Emulsión sustancial
	21%	90° C	5 - 6 min.	Inclusión sustancial Emulsión menor
25.	42%	20° C	18 - 22 min.	Inclusión sustancial
	42%	90° C	3 - 4 min.	Inclusión menor

+++ El extracto de granos en verde de café se preparó utilizando una corriente de agua con una temperatura

constante de 100° C y el extracto se concentró mediante evaporación en vacío.

TABLA 4 +++

	Concentración de sólidos de extracto de tó	Temperatura	Tiempo de separación	Comentarios
5.	14%	20° C	25 - 30 min.	--
	14%	90° C	4 - 5 min.	--
	42%	20° C	16 - 20 min.	Elevada inclusión
10.	42%	90° C	3 - 4 min.	Inclusión

En cada una de las pruebas a 20° C la fase oleosa separada presenta un aspecto turbio, indicando cierta inclusión de extracto.

- +++ El extracto de tó se preparó utilizando una corriente acuosa con una temperatura constante de 115° C. Luego el extracto se concentró mediante evaporación en vacío.
- 15.

EJEMPLO 4.

- Se repitió el procedimiento del ejemplo 3 con otros materiales grasos. La relación ponderal entre aceite y extracto es de 15 : 1, y el contenido de sólidos del extracto acuoso del café tostado y molido es del 30%.
- 20.

TABLA 5 +++++

	<u>Material graso</u>	<u>Temperatura</u>	<u>Tiempo de separación</u>	<u>Comentarios</u>
	Accite de oliva	20° C	25 - 43 min.	Baja inclusión
5.	Accite de oliva	90° C	1 - 2 min.	---
	Accite de alazor	20° C	18 - 32 min.	Baja inclusión
	Accite de alazor	90° C	1 - 2 min.	---
	Accite mezclado (Durkoe 500)	20° C	26 - 36 min.	Baja inclusión
10.	Accite mezclado (Durkoe 500)	90° C	2 - 3 min.	---

+++++ El extracto de café tostado y molido se preparó mediante extracción en contracorriente utilizando una corriente de agua con una temperatura inicial de 160° C y una temperatura final de alrededor de 100° C y luego se concentró.

EJEMPLO 5.

Los coeficientes de distribución de cafeína a diversas temperaturas se determinaron utilizando aceite de maíz y un extracto acuoso de café tostado y molido conteniendo 50% de solubles. Esto se llevó a cabo mediante la mezcla de aceite y extracto en una relación ponderal de 20 : 1 en bombas. Las bombas se mantieron luego a las temperaturas indicadas (y presión superatmosférica a 115° C) al tiempo que se agitaba durante una hora. Los resultados se exponen en la tabla siguiente:

-

-

TABLA 6 +++++

Temperatura	Porcentaje de descafeinación	Coefficiente de distribución
20° C	31%	0,022
5. 50° C	47%	0,043
90° C	64%	0,091
115° C	68%	0,142

En los ejemplos que proceden la evaporación en vacío del extracto puede sustituirse por otros medios de concentración tal como concentración por congelación. Asimismo, el secado por pulverización puede sustituirse por secado por congelación u otras técnicas de secado apropiadas.

15. +++++ El extracto de café tostado y molido se prepara mediante extracción a contracorriente utilizando una corriente acuosa con una temperatura inicial de 160° C y una temperatura final de alrededor de 100° C y luego se concentra.

20.

= . =

REIVINDICACIONES
=====

25.

Descrito el objeto de la presente memoria descriptiva se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente U.S.A. nº 690.732 del 27-5-76.

1.- Un procedimiento para descafeinar un extracto acuoso que contenga cafeína de un material vegetal, caracterizado porque en su realización comprende:

- a) tratar el extracto acuoso con un material graso líquido inmiscible en agua;
- b) mantener el extracto acuoso y el material graso en contacto durante un tiempo suficiente para transferir cafeína del extracto acuoso al material graso; y
5. c) separar el material graso cargado de cafeína del extracto acuoso; conduciéndose el tratamiento en forma tal que el material graso líquido y el extracto acuoso se encuentran o se llevan a una temperatura de, por lo menos, alrededor de 65° C, mientras se mantienen en contacto.
10. 2.- Un procedimiento, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado en su realización porque el extracto acuoso sometido a tratamiento tiene una concentración de sólidos solubles de 30% y 70% en peso.
15. 3.- Un procedimiento, de conformidad con la reivindicación 2, caracterizado en que preferentemente el citado extracto acuoso tiene una concentración de sólidos solubles del 35 al 55% en peso.
20. 4.- Un procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque preferentemente el material graso líquido y el extracto acuoso se encuentran o se llevan a una temperatura comprendida entre 75° y 120° C mientras se mantienen en contacto.
25. 5.- Un procedimiento, de conformidad con la reivindicación 4, caracterizado porque más especialmente el material graso líquido y el extracto acuoso se encuentran o se llevan a una temperatura comprendida entre alrededor de 85° y 100° C mientras que se mantienen en contacto.



- 6.- Un procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado en su realización porque el material graso para el tratamiento se elige del grupo constituido por aceite de alazor, aceite de soja, aceite de maiz, aceite de cacahuete, aceite de oliva, aceite de café, trioloina y manteca.
- 5.
- 7.- Un procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en su realización el extracto acuoso sometido a tratamiento es un extracto de té o café tostado.
- 10.
- 8.- Un procedimiento, de conformidad con la reivindicación 7, caracterizado en su realización porque los volátiles se separan por destilación del extracto acuoso antes de entrar en contacto con el material graso.
- 15.
- 9.- Un procedimiento, de conformidad con la reivindicación 7 u 8, caracterizado porque en su realización proferente el extracto acuoso del café tostado tiene un contenido de cafeína de por lo menos igual al 5% en peso del total de sólidos solubles.
- 20.
- 10.- Un procedimiento, de conformidad con la reivindicación 9, caracterizado en su realización porque el extracto acuoso procede de la extracción previa de café tostado a temperaturas no superiores a alrededor de 120° C.
- 25.
- 11.- Un procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque también en su realización el extracto acuoso es de café verde.
- 12.- Un procedimiento para descafeinar un extracto acuoso que contiene cafeína de un material vegetal



Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 23 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 26 MAYO 1977

p.a.

JAIME ISEKIN

p. p.



Firmado: JESUS PICAZO

mpc.

