

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA
Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la memoria adjunta.

PATENTE DE INVENCION

10	ES	11	NUMERO	10	A1
		21	472.241		
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			31-7-78.		
			-5 FEB. 1979		

20	PRIORIDADES:	22	FECHA	23	PAIS
31	NUMERO				
	837.349		28 septiembre 1977		EE. UU. de A.

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	52	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			A23 F		

54	TITULO DE LA INVENCION
	PROCEDIMIENTO PARA DESCAFEINAR UNA SOLUCION ACUOSA QUE CONTIENE CAFEINA.

71	SOLICITANTE (S)
	GENERAL FOODS CORPORATION

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

72	INVENTOR (ES)
	Saul Norman Katz

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	GOMEZ-ACEBO y POMBO.

La descafeinación comercial actual del café se efectúa por la eliminación de cafeína del conjunto de los granos de café verdes. Los granos son humedecidos en primer lugar y a continuación se extraen con un disolvente que sea relativamente específico para la cafeína. Los disolventes empleados comercialmente son bien un disolvente hidrocarbonado clorado, tal como se describe en la patente U.S.A. No 3.671.263 de Patel et al. o una solución acuosa deficiente en cafeína de solubles de café verde, tal como se ha descrito en la patente U.S.A. No. 2.309.092 de Berry et al. que se incorporan aquí como referencia.

En el procedimiento de descafeinación de la patente U.S.A. No 2.309.092 que se denomina comúnmente como el sistema de extracción con agua (Nota: Sivetz, Coffee Processing Technology, Vol 2, p.208, AVI Publishing Co., Inc., 1963) el extremo acuoso cargado de cafeína, que resulta del contacto entre café verde, que contiene cafeína, y la solución acuosa deficiente en cafeína, se extrae directamente con un disolvente para eliminar la cafeína. Tales disolventes son típicamente los mismos hidrocarburos clorados que se emplean en los procedimientos de extracción directa., ejemplificada por la patente 3.671.263 anteriormente citada.

También se conoce producir café soluble descafeinado por extracción primaria y recogida de los aromas y sazónantes a partir del extremo acuoso de café tostado y a continuación poner en contacto directamente el extracto retirado con un disolvente de la cafeína inmisible con el agua tal como cloruro de metileno. El extracto descafeinado puede combinarse entonces con los volátiles recogidos y secarse hasta una forma de polvo soluble. Tal procedimiento está descrito en la patente U.S.A. No. 2.933.395 de Adler et al. Un procedimiento de este tipo puede apli-

carse tambien a extractos de té acuosos.

La industria del café esta deseosa de encontrar sistemas para la descafeinación que eviten el contacto íntimo (por ejemplo como en la extracción líquido-líquido) entre el extracto acuoso a ser descafeinado y el disolvente orgánico. Adicionalmente, seria deseable si estas nuevas técnicas de descafeinación permitiesen razonablemente el empleo de disolventes no halogenados que deberian tener un coeficiente de reparto relativamente pequeño (es decir mucho mas pequeño que el de los hidrocarburos halogenados) para la cafeína. Tales materiales como triglicéridos líquidos (por ejemplo aceites vegetales), ácidos grasos y alcoholes grasos estan entre aquellos disolventes de cafeína de baja capacidad que tienen un grado deseablemente elevado de seguridad toxicológica; no obstante, debido a las grandes cantidades de estos materiales que serian requeridas para su empleo en procedimiento de descafeinación por extracción convencionales, estos no se han usado comercialmente.

Técnicas de descafeinación que evitan el empleo de tal disolvente, tal como la técnica de la resina de la patente U.S.A. No. 3.108.876 de Turken et al, y la técnica microbiológica de la patente U.S.A. No. 3.749.584 de Kurtzman et al son conocidas en el arte pero no se han desarrollado aún comercialmente. El empleo de tecnología de membrana tal como en la diálisis, ultrafiltración y osmosis inversa no se han mostrado como convenientemente ya que las membranas actualmente disponibles no son capaces de eliminar virtualmente toda la cafeína de los extractos acuosos sin eliminar tambien grandes cantidades de sólidos de cafeína cafeinicos. El empleo de las técnicas de extracción de disolvente con membrana, tal como se describe en la patente U.S.A. No 3.956 112 de Lee et al., no prueba que sea práctica para la descafeina

ción comercial de extractos de café o de té ya que las membranas hinchadas no porosas usadas en estos procedimientos no permiten velocidades suficientemente elevadas de difusión de la cafeína procedente del extracto al disolvente, de modo que virtualmente
5 toda la cafeína es eliminada a partir del extracto en un periodo de tiempo razonable.

La presente invención se refiere a un procedimiento para descafeinar extractos vegetales acuosos tales como extractos acuosos de café o té verde o tostado. El procedimiento de esta
10 invención hace uso de un disolvente selectivo de la cafeína inmiscible en agua para transferir cafeína desde el extremo de café o de té a una fase acuosa desde la cual se elimina la cafeína en último lugar. El contacto directo entre el extracto del café o del té y el disolvente se evita por medio de una o más membranas
15 hidrofílicas porosas que sirven para retener y/o eliminar el disolvente inmiscible en agua a partir de la fase del extracto acuoso y de la fase acuosa.

Esta invención se refiere al empleo de una sola membrana porosa donde la membrana es cargada con el disolvente y
20 esta membrana cargada se emplea para separar las dos fases acuosas. El empleo de membranas de fibra hinchadas será particularmente valioso en este objeto. Alternativamente, pueden emplearse dos membranas porosas, una membrana para separar el extracto acuoso de café o té a partir del disolvente y la segunda membrana o sección
25 de membrana para separar el disolvente desde la fase acuosa.

Como será evidente para los técnicos en la materia, esta invención puede ponerse en práctica según un modo de operación en tandas o continuo. Para aplicaciones más comerciales, se adelanta que serán más deseables operaciones continuas a contracorriente.
30

Un extracto típico de café o de té que tiene una concentración en sólidos soluble de 10% a 35% en peso, mas típicamente de aproximadamente 15% a 28% se hace pasar o se retiene en un lado de una membrana porosa delgada que está o bien cargada con o bien se usa para separar un disolvente líquido inmiscible en agua que es relativamente específico de la cafeína. Una fase acuosa, que puede ser o bien agua pura o bien agua que contiene moléculas de peso molecular suficientemente elevado como para ser retenidas por la membrana, se hace pasar o bien por la cara opuesta de la membrana cargada de disolvente o bien sobre la cara opuesta de una segunda membrana porosa usada para separar el disolvente de la fase acuosa.

Los disolventes líquidos inmiscibles en agua valiosos en esta invención son preferiblemente materiales comestibles especialmente aquellos materiales que no poseen características significativas de sabor que sean incompatibles con el extracto vegetal en proceso de descafeinación. Es necesario que el disolvente sea líquido a la temperatura a la que se efectúa la descafeinación que estará típicamente comprendida dentro de los márgenes de 0°C a 95°C y usualmente será inferior a aproximadamente 70°C. No es necesario que el disolvente sea líquido a temperatura ambiente; así, aquellos materiales tales como grasas, ácidos grasos y alcoholes grasos que son sólidos a temperatura ambiente están dentro del ámbito de esta invención. También será necesario que el disolvente sea compatible con la membrana particular o membranas empleadas en el sistema de descafeinación.

Puesto que el disolvente es únicamente el medio para transferir cafeína desde el extracto a la fase acuosa, no es necesario que el disolvente tenga una elevada capacidad para la cafeína o un elevado coeficiente de reparto para la cafeína; es

tos valores pueden ser tan bajos como 0,5 (gramos de cafeina en el disolvente/gramos de cafeina en el extracto), respectivamente a la temperatura a la que son usados. Los valores comparables para el cloruro de metileno, actualmente el disolvente de descafeinación mas ampliamente usado, son de 15,0 y 1,4, respectivamente, a aproximadamente 60°C. Deseablemente, no obstante, la especificidad para la cafeina del disolvente expresada como (gramos de sólidos no cafeina/gramo de cafeina) debe ser al menos tan buena como la del cloruro de metilano que posee un valor de 0,2 por contacto con un extracto acuoso de granos de cafe verdes.

Disolventes que son convenientes para ser usados en esta invención incluyen tolueno, xilano, ácidos grasos tales como ácido oleico, ácido láurico, ácido esteárico, ácido octanoico, alcoholes grasos tales como alcohol estearílico, triglicéridos tales como aceite de alazor, aceite de soja, aceite de trigo y aceite de cafe.

Puesto que el disolvente es el dispositivo de transferencia de cafeina selectivo, la finalidad de la membrana es separar las fases extracto y disolvente y las fases agua y disolvente. Estas membranas deber ser por tanto tan porosas y abiertas y ofrecer tan poca resistencia como sea posible. Membranas adecuadas incluyen filmes de dialisis semi-permeables de materiales polímeros orgánicos celulósicos, proteínicos o sintéticos que tengan la facultad de permitir el paso de molécula que tengan un peso molecular de al menos 5000.

Las membranas cargadas valiosas en el procedimiento de la invención pueden prepararse a partir de membranas homogéneas porosas que contengan agua en una cantidad que varíe entre 70% y 99% aproximadamente en peso. La membrana cargada de agua se coloca en uno o mas baños sucesivos de un disolvente po

lar tal como un alcohol miscible con agua durante periodos de varias horas en total con el fin de desplazar todo el agua con el disolvente polar. La membrana asi tratada se coloca entonces en uno o mas baños del disolvente inerte deseado, específico de la cafeina con el fin de desplazar todo el disolvente polar.

Tal como se ha indicado anteriormente, la membrana cargada puede estar en forma de una película delgada típicamente del orden de 20 a 300 micras de espesor o en forma de fibras hinchadas que tengan un espesor de pared de tamaño comparable. Fibras hinchadas permeables puede fabricarse a partir de resinas de grado textil por hilado a partir de una solución de un polímero en un disolvente volatil en una columna de evaporación. La sección recta transversal tubular está formada por extrusión de la solución polímero a través de una boquilla o tubo anular. El tamaño de poro y distribución de poros dentro de las paredes de la fibra puede controlarse por selección del disolvente.

Naturalmente sera necesario en una operación comercial eliminar la cafeina de la fase acuosa de modo que este agua pueda reciclarse y que la cafeina sea recuperada como un producto secundario valioso. La cafeina puede eliminarse del agua bien continuamente o en operación discontinua. Tales técnicas conocidas como el uso de resinas de adsorción hidrofóbicas, osmosis inversa o cristalización directa a partir de la fase acuosa concentrada pueden emplearse.

Esta invención se describe a continuación pero no se limita por medio de los ejemplos siguientes.

EJEMPLO 1

Se colocó un extracto acuoso de café verde que contenia solidos solubles en una porción del 25% en peso y una concentración de cafeina de 1% en peso en un tubo curvado para tomar

una forma de U, la membrana de dialisis de celofan tubular tenia grandes aberturas (10.000 MW). Una cantidad de agua igual al volumen del extracto se colocó en un segundo tubo en forma de U de membrana de celofan. Ambos tubos cargados se colocaron en un baño que contenia ácido laurico que tenia un volumen de cuatro veces el del extracto y se mantuvo a 60°C. Tras tres horas el extracto estaba 27% (en peso) descafeinado con 81,4% de su cafeina retirada siendo recogida en el tubo que contenia agua.

EJEMPLO 2

Se colocó una membrana celulósica homogénea, ultramicroporosa con 100 micras de espesor y que contenia 91,7% de agua (Molecular Research Corp., Cambridge, Mass.02142) en un baño de metanol durante dos horas para reemplazar el agua en la membrana con alcohol. Esta etapa se repitió para eliminar todo el agua. La membrana saturada de alcohol se colocó entonces en un baño que contenia ácido oleico; esta etapa se repitió también para eliminar todo el alcohol residual.

La membrana cargada de disolvente (ácido oleico) se colocó entonces en una célula de diálisis con un area expuesta de 101 x 101 mm. Se mantuvo un flujo continuo a través de ambas caras de la célula durante 2 horas a 43°C con 300 ml de una solución acuosa de solidos de café verde (26,8% de solido solubles, 0,745% de cafeina) siendo circulada sobre una cara de la membrana y 900 ml de agua destilada saturada con ácido oleico sobre la otra cara. La concentración de cafeina en la solución de café se redujo 22% sin que se produzca difusión inversa de agua en la solución de café o eliminación de solido no cafeina de la solución de café.

EJEMPLO 3

Se preparó una membrana cargada de ácido oleico co

mo en el ejemplo 2 y se colocó en una celula de dialisis con un area expuesta de 101 x 101 mm. Se efectuó un reciclado continuo de 300 ml de una solución acuosa de solidos de cafe verde (26,8% en solidos solubles, 0,745% de cafeina) con 10% en volumen (30
5 ml) de metanol sobre una cara de la membrana y 900 ml de agua pura saturada con ácido oleico se reciclo sobre la otra cara. Tras dos horas a 60°C, 39,5% de la cafeina se habia eliminado del extracto. Una velocidad de transferencia maxima de cafeina se calculó como de 0,0816 Kg/hr-m² comparado con el valor de 0,0371
10 Kg/hr-m² para el sistema del ejemplo 2.

Como puede verse por el ejemplo 3, la velocidad de transferencia de la cafeina queda significativamente sin modificar por la presencia de un alcohol miscible en agua tal como el metanol en el extracto en una proporción de aproximadamente 5 a
15 20% en volumen. La adición del alcohol al extracto se piensa que aumenta la solubilidad de la cafeina en la membrana y/o el transporte de cafeina a través de la membrana. La recuperación del alcohol a partir de la fase acuosa asi como la extracción del alcohol residual a partir del extracto puede efectuarse por cualquier
20 quiera de las técnicas conocidas tal como fraccionamiento, extracción por arrastre con vapor, etc.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.
25

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para descafeinar una solución acuosa que contiene cafeína caracterizado porque comprende la etapa de:

5 a) poner en contacto una cara de una membrana porosa con una solución acuosa que contiene cafeína,

b) poner en contacto la otra cara de dicha membrana con un disolvente específico de la cafeína no miscible con agua,

10 c) poner en contacto una cara de una segunda membrana porosa con el disolvente de la etapa b),

d) poner en contacto la otra cara de dicha segunda membrana con una fase acuosa, y

15 e) mantener los contactos respectivos durante un periodo de tiempo suficiente como para reducir la concentración de cafeína de la solución permitiendo que la cafeína pase a través de la primera membrana el disolvente y la segunda membrana en la fase acuosa.

20 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende las etapas de:

25 a) poner en contacto una cara de una membrana porosa cargada de disolvente con una solución acuosa que contiene cafeína, siendo dicho disolvente un disolvente específico de la cafeína inmisible con agua que comprende al menos 70% en peso de la membrana cargada,

b) poner en contacto la cara opuesta de la membrana con la fase acuosa,

30 c) mantener los contactos respectivos durante un tiempo suficiente como para reducir la concentración de cafeína de la solución permitiendo que la cafeína pasa a través de la

membrana cargada a la fase acuosa.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque se agrega 5 a 20% en volumen de alcohol miscible con agua a la solución que contiene cafeína.

5 4.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque la membrana cargada tiene la forma de una fibra hueca.

10 5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la solución acuosa que contiene cafeína es un extracto de café o de té.

6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el extracto es un extracto de café verde.

15 7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizados porque el extracto es un extracto de café tostado que ha sido desprovisto de volátiles.

8.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el disolvente se elige del grupo compuesto por ácidos grasos, alcoholes grasos y triglicéridos.

20 9.- Procedimiento para descafeinar una solución acuosa que contiene cafeína, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 10 hojas escritas a máquina
por una sola cara.

Madrid, 20 OCT. 1978

GENERAL FOODS CORPORATION

J. M. GONZALEZ Y POLO

p. p. Firmador: J. Suarez Diaz

