(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 394 776**

(51) Int. Cl.:

A23F 5/48 (2006.01)
A23F 5/36 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.08.2000** **E 00962359 (6)**

(97) Fecha y número de publicación de la solicitud europea: **12.06.2002** **EP 1211948**

(54) Título: **Procedimiento de recuperación de aroma de café**

(30) Prioridad:

23.08.1999 EP 99116494
26.06.2000 EP 00113472

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
05.02.2013

(73) Titular/es:

SOCIETE DES PRODUITS NESTLÉ S.A. (100.0%)
CASE POSTALE 353
1800 VEVEY, CH

(72) Inventor/es:

FURRER, MARC y
GRETSCH, CATHERINE

(74) Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 394 776 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de recuperación de aroma de café

Campo de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento para la recuperación de componentes de aroma a partir de café tostado y molido. Los componentes de aroma recuperados resultan útiles para aromatizar el café en polvo soluble.

Antecedentes de la invención

Los aromas son una parte importante de muchos productos, ya que los consumidores asocian determinados aromas a determinados productos. En el caso de que el producto carezca del aroma asociado al mismo, la percepción del consumidor del producto puede verse afectada negativamente. Esto es particularmente un problema en el campo de los cafés en polvo solubles, aunque también existe en otros campos. Los cafés en polvo solubles, los cuales se obtienen de procedimientos comerciales que implican la extracción, la concentración y el secado, habitualmente no presentan sustancialmente ningún aroma. Por ello, convencionalmente se recuperan los aromas de café que se desprenden durante el procesamiento del café en polvo soluble y se reincorporan estos aromas en el extracto concentrado de café previamente al secado para formar café en polvo soluble.

Los aromas de café se recuperan en varios puntos durante el procesamiento del café en polvo soluble y más comúnmente durante el molido de los granos tostados y mediante destilación por arrastre con vapor del extracto del café previamente a la concentración y secado de los sólidos de café soluble.

La recuperación de aroma a partir del café molido se da a conocer en la patente US nº 3.535.118. Esta patente da a conocer un procedimiento en el que el café tostado y molido se introduce en una columna y se mantiene a aproximadamente 40ºC. A continuación, se humecta el lecho de café mediante pulverización de agua sobre el mismo para ayudar a desplazar aromas de las partículas de café. Se calienta un gas inerte, habitualmente nitrógeno, hasta aproximadamente 44ºC y se introduce en la columna desde la parte inferior del lecho. Debido a que el gas inerte pasa por el lecho, arrastra los aromas de las partículas de café. Seguidamente se alimenta el gas inerte a un condensador que se opera a una temperatura de aproximadamente 5ºC para condensar el agua en el gas inerte. El gas inerte deshidratado finalmente se alimenta a un condensador criogénico con el fin de condensar el aroma en forma de escarcha. A continuación, se recupera la escarcha.

Otro procedimiento para recuperar el aroma del café tostado y molido se describe en la solicitud de patente internacional nº WO 97/10721. En este procedimiento, el café molido se transporta por una zona alargada de mezcla sometiéndolo simultáneamente a agitación. Simultáneamente, se pulveriza un líquido acuosa en la zona alargada de mezcla para humectar el café molido a medida que éste es transportado y agitado. Los gases de aroma liberados por el café molido humectado en la zona alargada de mezcla se extraen y se recogen.

La patente EP nº 0489401 da a conocer un procedimiento para preparar café soluble, que comprende tratar el café tostado y molido humectado con vapor saturado y después condensar el vapor con el fin de obtener un condensado del aroma. La patente FR nº 614919 da a conocer un procedimiento para obtener el aroma del café, que comprende la condensación criogénica de los compuestos del aroma.

Uno de los problemas percibidos con estos procedimientos es que resultan en el prehumectado del café molido fuera de la celda o columna de extracción. Según Sivetz M. y Densrosier N.W., Coffee Technology, AVI Publishing Company, Inc., página 334, 1979, dicha práctica no es buena porque "provoca el envejecimiento del café molido en menos de una hora, acompañado de un sabor pesado no deseable y en una pérdida de los volátiles naturales del café". Sivetz y Desrosier defienden enérgicamente que la primera humectación del café molido debe realizarse en la celda o columna de extracción. En consecuencia, la recuperación del aroma del café molido mediante prehumectación no es una práctica común, a pesar de que el café molido es una buena fuente de aroma.

Además, no todos los componentes del aroma obtenidos en una taza de café recién hecho resultan capturados durante la prehumectación. En consecuencia, a menos que se capturen aromas adicionales posteriormente durante el procedimiento, se perderán algunos componentes de aroma; componentes que mejorarían, en caso de incorporarse en el café en polvo instantáneo, el aroma de una bebida preparada a partir de café en polvo instantáneo. Además, muchas de las técnicas convencionales de recuperación dañan o alteran los componentes del aroma.

Por lo tanto, todavía existe una necesidad de un procedimiento para recuperar el aroma a partir del café molido.

Descripción resumida de la invención

Un procedimiento para la recuperación de los componentes del aroma a partir de café recién molido, comprendiendo el procedimiento:

- agitar y humectar el café molido,
- calentar el café molido uniformemente hasta una temperatura de entre 70ºC y 95ºC,
- exponer el café molido a una presión reducida, manteniendo simultáneamente el calentamiento para proporcionar gas que contiene aroma, en el que la presión reducida es de entre 300 y 900 mbar,
- capturar el gas que contiene aroma, y
- recoger los componentes de aroma mediante, en una primera operación, la condensación del gas que contiene aroma a una temperatura comprendida en el intervalo de -10ºC a 30ºC y, en una segunda operación, la condensación criogénica del gas que contiene aroma a una temperatura inferior a -80ºC.

El procedimiento proporciona la ventaja de que pueden obtenerse cantidades de componentes de aroma a partir del café molido significativamente superiores a las obtenidas mediante los procedimientos convencionales. Además, debido a que los componentes de aroma se obtienen a partir de café molido previamente a la extracción, se reduce la degradación térmica del aroma al mínimo. Asimismo, debido a que se eliminan dichos componentes de aroma del café molido, puede reducirse el envejecimiento del café molido previo a la extracción. Los componentes de aroma pueden incorporarse fácilmente con el fin de proporcionar un producto de café soluble que presenta un aroma y un sabor incrementados y mejorados. Además, los compuestos volátiles que aparecen durante la extracción y que son responsables de un aroma y sabor del procesamiento no son recogidos.

El procedimiento puede comprender además la exposición repetida del café molido a una presión reducida seguida de calentamiento. El café molido se somete a este ciclo entre aproximadamente 2 y aproximadamente 10 veces.

El procedimiento comprende calentar el café molido, exponiéndolo simultáneamente a una presión reducida. Por ejemplo, el café molido puede mantenerse a una temperatura sustancialmente constante, exponiendo simultáneamente a una presión reducida.

Dicho procedimiento permite recoger en el gas que contiene aroma entre aproximadamente 40% y aproximadamente 95% de los componentes volátiles del aroma presentes en el café molido. En el presente contexto, el aroma volátil se mide sobre una suspensión de café tostado y molido mediante muestreo del espacio de cabeza estático y cromatografía de gases. El % de recuperación de aroma se determina mediante comparación de la concentración de aroma del café tostado y molido antes y después del procedimiento de la invención.

Además, el procedimiento permite que el gas recogido que contiene aroma contenga por lo menos 700 partes por millón de carbono de aroma, basado en el café recién molido.

En el presente contexto, la concentración de volátiles del aroma se proporciona en valores medidos mediante muestreo del espacio de cabeza estático y cromatografía de gases de la parte superior de una bebida reconstituida. Se reconstituyeron cafés instantáneos en agua hasta un contenido de sólidos de 3,3% en peso de la bebida reconstituida. Se midieron muestras de 5 ml a 60ºC tal como se ha indicado anteriormente. Se realizó un muestreo del espacio de cabeza mediante presurización de viales de 22 ml a 10 psi. Se llevó a cabo la elución en una columna capilar polar recubierta con fase de polietilenglicol y acoplada con un detector de emisión atómica. La respuesta del detector se calibró con un estándar externo, 4-metiltiazol 50 ppm en agua, analizado bajo condiciones similares. Los compuestos volátiles de aroma se han sumado agrupándolos en zonas según su índice de retención: zona 1: $RI_{DBWAX} < 1.130$, zona 2: $1.130 \leq RI_{DBWAX} \leq 1.430$.

Se ha encontrado que la presente invención resulta muy eficiente para recuperar compuestos altamente volátiles a partir de café tostado y molido. Se ha encontrado además que una bebida reconstituida preparada utilizando aroma recuperado mediante el procedimiento según la invención presenta una concentración significativamente superior de compuestos volátiles que una bebida reconstituida a partir de un café instantáneo disponible comercialmente, es decir, para compuestos que presentan un índice de retención (IR) inferior a 1.430, según se define en una columna de CG Carbowax (zona 1: $RI_{DBWAX} < 1.130$ y zona 2: $1.130 \leq RI_{DBWAX} \leq 1.430$). Entre dichos compuestos volátiles, los componentes olorosos detectados es conocido que influyen sobre el equilibrio de aroma del café (por ejemplo aldehídos, dicetonas, pirazinas y compuestos sulfurados).

En el presente contexto, la caracterización de los valores de los compuestos volátiles de β-mirceno y de limoneno se determinan mediante enriquecimiento del espacio de cabeza (microextracción en fase sólida, fibras recubiertas con 65 micrómetros de polidimetilsiloxano-divinilbenceno) medido en la parte superior de bebida reconstituida de café instantáneo. La elución se llevó a cabo en una columna capilar polar DBWAX acoplado a un detector de masas (modo de barrido completo, MD800 de Fisons). Los resultados se expresan en ppm de materia seca (ppm/MS) según un estándar de butirato de etilo, 0,5 microgramos en cada muestra. En la cuantificación, los fragmentos 93 se utilizaron para cuantificar el β-mirceno y el limoneno, y el fragmento 71 se utilizó para cuantificar el estándar. El café instantáneo se reconstituyó en agua hasta un contenido de sólidos de 3% en peso de la bebida reconstituida. El espacio de cabeza de muestras que contenían 5 ml de solución con adición del estándar en viales de 22 ml se enriqueció durante 30 minutos a 30ºC y después se analizó tal como se ha indicado anteriormente.

Se encontró además que la recuperación global más elevada de rangos más amplios de compuestos mejoraba la calidad del producto. Además, se considera que la elevada recuperación de β-mirceno y de limoneno es indicativa

de la elevada eficiencia del procedimiento en la recuperación de compuestos lipofílicos y sensibles. Estos compuestos son muy sensibles a las condiciones de procesamiento; en el caso de que el café molido se someta a condiciones severas, generalmente en el producto final no se encuentran cantidades detectables de β-mirceno y la cantidad de limoneno se ha reducido significativamente. Pueden ser deseables los valores elevados de dichos compuestos en el café en polvo soluble, ya que se cree que son indicativos de la recuperación de cantidades elevadas de compuestos de aroma de alta calidad. En las etapas del procedimiento tradicional de fabricación de café soluble, dichos compuestos generalmente no sobreviven. Además, se ha encontrado que pueden obtenerse valores particularmente altos de dichos compuestos al someter el gas de aroma a condensación criogénica.

Descripción detallada de las realizaciones preferentes de la invención

A continuación se describen realizaciones de la invención únicamente a título de ejemplo.

La presente invención se basa en la captura de grandes cantidades de componentes de aroma a partir de café recién molido previamente al procesamiento normal del café molido. Lo anterior proporciona la ventaja de que se pierde o se degrada una cantidad mínima de los componentes de aroma durante el procesamiento.

El procedimiento requiere café recién tostado y molido. El café molido puede proporcionarse del modo convencional. El café recién molido se introduce en un tanque de mezcla, en el que se extrae el aroma. El tanque de mezcla puede ser cualquier tanque de mezcla adecuado, tal como un mezclador cónico de tornillo o un mezclador de cinta. El tanque de mezcla preferentemente se sella para evitar la pérdida de aroma. Sin embargo, en caso de que se dejen escapar componentes de aroma, deben recogerse, por ejemplo dirigiendo los componentes de aroma a un condensador.

El café molido se agita y se pulveriza un líquido acuoso sobre el café molido para humectarlo. El líquido acuoso puede ser, por ejemplo, agua o extracto de café, o cualquier otro líquido adecuado. La cantidad de líquido acuoso no es crítica, pero el contenido de humedad del café molido humectado preferentemente es de entre aproximadamente 10% y aproximadamente 100% en peso, más preferentemente de entre 10% y aproximadamente 30% en peso. Por ejemplo, el contenido de humedad del café molido humectado puede ser de entre aproximadamente 20% y aproximadamente 40% en peso. La humectación del café molido mejora la liberación del gas que contiene aroma a partir del café molido.

Seguidamente el café molido humectado se calienta en el tanque de mezcla. El café molido se calienta uniformemente. Pueden utilizarse cualesquiera medios para calentar el café molido humectado. Por ejemplo puede utilizarse vapor para calentar a 70ºC el café molido humectado. El café molido humectado puede calentarse hasta una temperatura de entre 70ºC y 95ºC. El calentamiento del café molido humectado a temperaturas inferiores a las temperaturas habituales de crecimiento se cree que ayuda a evitar las reacciones de degradación del aroma. El calentamiento del café molido humectado se cree que facilita la posterior liberación del gas que contiene aroma.

Tras calentar el café molido, se expone a una presión reducida para inducir la vaporización de los componentes de aroma. En el caso de que el sistema no esté presurizado, la presión reducida puede ser proporcionada por una bomba de vacío. Sin embargo, en el caso de que el sistema esté presurizado, puede inducirse una presión reducida mediante una válvula o similar.

El método continuo incluye calentar el café molido y después exponerlo a la presión reducida, manteniendo simultáneamente el calentamiento. Se ajustan el calentamiento y la presión de manera que el café molido permanezca a una temperatura relativamente constante y a una presión relativamente constante. La temperatura es de entre 70ºC y 95ºC; alternativamente la temperatura es de entre 70ºC y 90ºC. La presión es de entre 300 y 900 mbar. Alternativamente la presión es de entre 350 y 700 mbar. Por ejemplo, la presión ventajosamente puede ser de entre 350 y 550 mbar. Evidentemente no resulta necesario que la temperatura y la presión permanezcan constantes y pueden dejarse derivar con el tiempo. El tiempo total preferible de calentamiento y exposición del café molido a la presión reducida es de entre 4 y 12 minutos.

El calentamiento y la exposición a la presión reducida provocan la liberación de gas que contiene aroma. Se extrae el gas y se recoge. Tras recoger del café molido el gas que contiene aroma, éste seguidamente se procesa para capturar los componentes de aroma, sometiéndolo, en una primera operación, a condensación a una temperatura comprendida en el intervalo de -10ºC a 30ºC y, en una segunda operación, sometiéndolo a condensación criogénica a una temperatura inferior a -80ºC.

En caso de que se desee concentrar los componentes de aroma utilizando la condensación parcial, el flujo de gas puede someterse a una primera etapa de condensación a una temperatura elevada, por ejemplo de entre aproximadamente 40ºC y aproximadamente 80ºC. Esto resultará en la condensación de principalmente agua. A continuación, los componentes de aroma no condensantes y concentrados pueden someterse a una segunda etapa de condensación a una temperatura inferior.

El líquido de aroma extraído del sistema condensador contiene componentes de aroma que pueden utilizarse para aromatizar el extracto de café, tal como se explica posteriormente, o puede utilizarse para aromatizar café en polvo soluble.

Los componentes de aroma que no condensan en el sistema condensador se envían a un condensador criogénico de aroma para su recolección. Se conocen y han sido publicados en la literatura muchos condensadores criogénicos de aroma adecuados. Sin embargo, un condensador criogénico de aroma particularmente adecuado se describe en las patentes US nº 5.182.926 y nº 5.323.623. Pueden obtenerse más detalles sobre el funcionamiento de este condensador criogénico de aroma en las exposiciones de las patentes. Claramente pueden utilizarse otros condensadores criogénicos de aroma, por ejemplo los dados a conocer en la patente US nº 5.030.473. El aroma recogido en el condensador criogénico de aroma se encuentra en forma de una escarcha. La escarcha puede utilizarse para aromatizar el extracto de café tal como se explica posteriormente. Alternativamente, la escarcha puede combinarse con un sustrato portador adecuado tal como aceite de café o una emulsión que contenga aceite de café. Este portador aromatizado se añade convenientemente al café en polvo soluble producido finalmente.

Tras la extracción del gas que contiene aroma del café molido, se procesa el café molido desaromatizado húmedo. Por ejemplo, el café molido desaromatizado húmedo se transporta a un sistema de extracción. El sistema de extracción puede ser cualquier sistema adecuado, ya que este aspecto no resulta crítico para la invención. Entre los sistemas de extracción adecuados se incluyen celdas de lecho fijo en batería, reactores de flujo de pistón, reactores de lecho móvil y similares. Durante el procedimiento de extracción, el café molido puede someterse a una o más etapas de solubilización térmica.

El extracto de café que sale del sistema de extracción seguidamente se concentra convencionalmente. Parte del extracto de café puede utilizarse como el líquido acuoso para humectar el café molido en lugar de concentrarlo. El líquido de aroma extraído del sistema condensador seguidamente puede añadirse al extracto concentrado. Si se desea, los componentes de aroma en el líquido de aroma pueden concentrarse antes de su adición al extracto concentrado. La concentración puede llevarse a cabo utilizando procedimientos convencionales tales como la condensación parcial, la rectificación, la concentración con membranas y la concentración por congelación. Además, la escarcha obtenida del recolector criogénico de aroma puede añadirse al extracto concentrado.

A continuación, se seca el extracto aromatizado de la manera habitual con el fin de proporcionar un café en polvo soluble aromatizado; por ejemplo mediante secado por pulverización o por congelación. Evidentemente el líquido de aroma y la escarcha de aroma pueden utilizarse con otros fines de aromatización.

Se ha encontrado que el procedimiento permite la extracción de entre aproximadamente 40% y aproximadamente 95% de los compuestos volátiles de aroma en el café molido basándose en el análisis de cromatografía de gases de una suspensión de partículas de café. Globalmente, la cantidad de aroma recogido es aproximadamente dos veces superior a la cantidad habitualmente arrastrada con vapor del extracto fresco, basado en el análisis de compuestos orgánicos totales de condensados acuosos de aroma. Además, la cantidad total de aroma recogida del café es de por lo menos 700 partes por millón de carbono, basado en café recién molido.

El café en polvo soluble aromatizado puede reconstituirse de la manera habitual con el fin de proporcionar una bebida de café. El perfilado sensorial de dicha bebida de café en comparación con una bebida de café de referencia demuestra que el café soluble preparado mediante este procedimiento presenta más sabor global y torrefacto, y notas de caramelo más reducidas, típicas del café soluble.

Se ha encontrado que el perfil de aroma de un producto de café preparado mediante el procedimiento de la presente invención proporciona un aroma de café deseable al producto de bebida.

Puede obtenerse un café en polvo soluble aromatizado con este tipo de perfil de aroma mediante el procedimiento anteriormente descrito.

A continuación se describen ejemplos específicos de la invención con el fin de ilustrarla adicionalmente.

Ejemplo 1

Se introdujo café recién molido en un mezclador cónico y se activó el mezclador. Se utilizó una bomba de vacío para reducir la presión en el mezclador hasta aproximadamente 150 mbar y después se desactivó. Se pulverizó agua sobre el café molido hasta que alcanzar aproximadamente 30% del peso total de agua. Se inyectó vapor en el fondo del mezclador y el café en polvo se calentó uniformemente hasta aproximadamente 80ºC, incrementando la presión en el mezclador hasta aproximadamente 500 mbar. Se activó la bomba de vacío en el momento de detener el vapor. Se redujo la presión hasta aproximadamente 150 mbar y se redujo la temperatura hasta aproximadamente 60ºC. Tras aproximadamente un minuto, se desactivó la bomba de vacío y se activó el vapor hasta que la temperatura del café molido alcanzase nuevamente 80ºC . Se repitió este procedimiento tres veces más. El tiempo total de procedimiento desde la activación de la bomba de vacío hasta la inactivación de la bomba de vacío al final del último ciclo fue de aproximadamente 12 minutos.

Se extrajo el gas aromatizado generado en el mezclador y se condensó en un condensador funcionando a aproximadamente 0ºC. Se recogió el líquido condensado y se analizó para los componentes de aroma. El gas no condensado se transportó hasta un recolector criogénico de aroma funcionando preferentemente a aproximadamente -140ºC o más, más preferentemente a aproximadamente -130ºC. La escarcha de aroma se recogió en el recolector criogénico de aroma.

Se observó que el aroma acuoso contenía 735 partes por millón de carbono de aroma, basado en café recién molido. Se observó que el aroma criogénico contenía 74 partes por millón de carbono de aroma, basado en café recién molido. Por lo tanto, el aroma total contenía 809 partes por millón de carbono de aroma, basado en café recién molido.

El café molido húmedo que salía del mezclador se sometió a extracción en un sistema de extracción y condensación del modo convencional.

El líquido condensado procedente del condensador se añadió al extracto concentrado y el extracto se secó formando polvos solubles en una torre de secado por pulverización. La escarcha de aroma procedente del colector criogénico de aroma también se añadió a los polvos solubles, del modo habitual.

Se disolvió una cucharadita de los polvos solubles en 150 ml de agua caliente a 85ºC. La bebida fue evaluada por un panel entrenado y se encontró que presentaba un sabor y aroma similares al café de infusión, con buenas características de café, acidez, cuerpo y aroma tostado, y notas reducidas de caramelo.

Ejemplo 2

Se introdujo café recién molido en un mezclador cónico y se activó el mezclador. Se utilizó una bomba de vacío para reducir la presión en el mezclador hasta aproximadamente 150 mbar. Se pulverizó agua sobre el café molido hasta que alcanzar aproximadamente 30% del peso total de agua. A continuación, se desactivó la bomba de vacío. Se inyectó vapor en el fondo del mezclador y el café en polvo se calentó uniformemente hasta aproximadamente 80ºC, incrementando la presión en el mezclador hasta aproximadamente 450 mbar. A continuación, se expuso el café molido a presión reducida, continuando con el calentamiento. La temperatura se mantuvo a aproximadamente 80ºC y la presión se mantuvo a aproximadamente 450 mbar. El tiempo total de procedimiento desde la activación del calentamiento y la bomba de vacío hasta la inactivación del calentamiento y la bomba de vacío fue de aproximadamente 8 minutos. A continuación se llevó a cabo el procesamiento del gas aromatizado tal como se ha descrito en el Ejemplo 1.

Se observó que el aroma acuoso contenía 738 partes por millón de carbono de aroma, basado en café recién molido. Se observó que el aroma criogénico contenía 87 partes por millón de carbono de aroma, basado en café recién molido. Por lo tanto, el aroma total contenía 825 partes por millón de carbono de aroma, basado en café recién molido.

Se disolvió una cucharadita de los polvos solubles en 150 ml de agua caliente a 85ºC. La bebida fue evaluada por un panel entrenado y se encontró que presentaba un sabor y aroma similares al café de infusión, con buenas características de café, acidez, cuerpo y aroma tostado, y notas reducidas de caramelo.

Ejemplo 3

Se produjo café seco por pulverización soluble tal como se ha descrito en el Ejemplo 2. Se produjo café secado por congelación soluble tal como se describe en los presentes ejemplos pero sustituyendo la etapa de secado por pulverización por una de secado por congelación. Se compararon estas muestras con cafés solubles secados por pulverización o por congelación disponibles comercialmente. Se midió la concentración de volátiles de aroma en la parte superior de café soluble reconstituido en agua.

Se describen los componentes de aroma utilizando la concentración de compuestos volátiles de aroma en la parte superior de bebidas reconstituidas. Se analizó la concentración de volátiles de aroma mediante medición por muestreo del espacio de cabeza estático y cromatografía de gases de la concentración de volátiles en la parte superior de bebidas reconstituidas. Los equipos utilizados para dichas mediciones son equipos estándares disponibles comercialmente que pueden obtenerse, por ejemplo, de Hewlett Packard. Un modelo apropiado es un automuestreador de espacio de cabeza 7694, el cromatógrafo de gases 6890 y el detector de emisión atómica 2350A.

Se realizó un muestreo del espacio de cabeza mediante presurización de viales de 22 ml a 10 psi. Se llevó a cabo la elución en una columna capilar polar recubierta con fase de polietilenglicol y acoplada con un detector de emisión atómica. Los compuestos volátiles de aroma se han sumado agrupándolos en zonas según su índice de retención: zona 1: $RI_{DBWAX} < 1130$, zona 2: $1130 \leq RI_{DBWAX} \leq 1430$. Se calibró la respuesta del detector con un estándar externo, 4-metiltiazol 50 ppm en agua, analizado bajo condiciones similares.

Los compuestos volátiles de aroma medidos en la zona 1 son indicativos de furanos, aldehídos, cetonas, ésteres y compuestos sulfurados. Los compuestos volátiles de aroma medidos en la zona 2 son indicativos principalmente de compuestos volátiles nitrogenados.

Se reconstituyeron cafés instantáneos en agua hasta un contenido de sólidos de 3,3% en peso de la bebida reconstituida. Se midieron muestras de 5 ml a 60ºC tal como se ha indicado anteriormente.

Productos de café soluble disponibles en el mercado japonés en una comparación con el producto de la invención:

	ppm* zona 1	ppm* zona 2
Aroma en™ AGF (FD)	34	3,7
Maxim™ AGF (FD)	48	5,3
Nescafé Gold Blend™ (FD)	38 (100%)	4,6 (100%)
Café de filtro por goteo**	85	6,9
Suspensión de café tostado y molido**	124	10,5
Producto secado por congelación de la invención**	109 (287%)	8,0 (174%)

pom*: La respuesta de detección de emisión atómica para la línea de carbono a 193 nm se expresa en ppm según el estándar externo de 4-metiltiazol medido bajo condiciones similares a las de las soluciones reconstituidas de café
** Muestras del mismo café tostado y molido que la mezcla comercial Gold Blend de Nestlé, analizadas estequiométricamente respecto al café instantáneo correspondiente
Abreviaturas: FD (Secado por congelación), SD (Secado por pulverización), AGF (Ajinomoto General Foods Inc) y KJS (Kraft Jacobs Suchard).

Productos de café soluble disponibles en el mercado británico en una comparación con el producto de la invención:

	ppm* zona 1	ppm* zona 2
Kenco Carte Noire™ KJS (FD)	42	4,4
Kenco Really Rich™ KJS (FD)	30	3,6
Maxwell™ KJS (SD)	35	3,0
Nescafé Original™	30 (100%)	3,5 (100%)
Producto secado por congelación de la invención**	67 (223%)	7,6 (217%)

Se ha encontrado que la presente invención resulta muy eficiente para recuperar compuestos altamente volátiles a partir de café tostado y molido. En consecuencia, la bebida reconstituida preparada mediante el procedimiento de la invención del café instantáneo correspondiente presenta una concentración significativamente más alta de compuestos volátiles elidos en las zonas 1 y 2, que una bebida reconstituida a partir de café instantáneo disponible comercialmente. Entre dichos compuestos volátiles, los componentes olorosos detectados es conocido que influyen sobre el equilibrio de aroma del café (por ejemplo aldehídos, dicetonas, pirazinas y compuestos sulfurados).
En comparación con Nescafé™, un café instantáneo disponible comercialmente, la concentración global de compuestos volátiles de los productos de café soluble preparados mediante el procedimiento de la invención eluidos en la zona 1 se incrementa en por lo menos 50% y hasta 300%. En algunos casos se observa un incremento de 200% a 300%. Los valores más altos corresponden a una recuperación exhaustiva de compuestos altamente volátiles del café tostado y molido correspondiente (se toma como 100% de aroma en la zona 1 el aroma de la suspensión de café tostado y molido).

En comparación con los cafés instantáneos disponibles, la concentración global de compuestos de los productos de café soluble preparados mediante el procedimiento de la invención eluidos en la zona 2 se incrementa en por lo menos 100% y hasta 300%. En algunos muestras se observa un incremento de 150% a 250%. Los valores más altos corresponden a 70% y hasta 80% de la concentración de aroma medida en una suspensión del café tostado y molido correspondiente (se toma como 100% de aroma en la zona 2 el aroma de la suspensión de café tostado y molido).

Ejemplo 4

Se produjo café seco por pulverización soluble tal como se ha descrito en el Ejemplo 2. Se produjo café secado por congelación soluble tal como se describe en los presentes ejemplos pero sustituyendo la etapa de secado por pulverización por una de secado por congelación. Se compararon estas muestras con cafés solubles secados por pulverización o por congelación disponibles comercialmente. La caracterización de compuestos volátiles más específicos de las muestras de producto se midieron mediante enriquecimiento del espacio de cabeza.

La caracterización de compuestos volátiles mediante enriquecimiento del espacio de cabeza (microextracción en fase sólida, fibras recubiertas con 65 micrómetros de polidimetilsiloxano-divinilbenceno) se midió en la parte superior de bebida reconstituida de café instantáneo. La elución se llevó a cabo en una columna capilar polar DBWAX acoplada a un detector de masas (modo de barrido completo, MD800 de Fisons). Los resultados se expresan en ppm de materia seca (ppm/MS) según un estándar interno(butirato de etilo, 0,5 microgramos en cada muestra). En la cuantificación, los fragmentos 93 se utilizaron para cuantificar el β-mirceno y el limoneno, y el fragmento 71 se utilizó para cuantificar el estándar.

Se reconstituyeron cafés instantáneos en agua hasta un contenido de sólidos de 3% en peso de la bebida reconstituida. El espacio de cabeza de muestras que contenían 5 ml de solución con adición del estándar interno en viales de 22 ml se enriqueció durante 30 minutos a 30ºC y después se analizó tal como se ha indicado anteriormente.

Productos de café soluble disponibles en el mercado japonés en una comparación con el producto de la invención:

	ppm/MS β-mirceno	ppm/MS limoneno
Aroma en™ AGF (FD)	0,001	0,005
Maxim™ AGF (FD)	0,005	0,007
Nescafé Gold Blend™ (FD)	0,001	0,007
Nescafé Excella™ (SD)	0,002	0,003
Producto secado por congelación de la invención	0,10	0,07
Producto secado por congelación de la invención**	0,20	0,16

ppm/MS: se utilizó el fragmento másico 93 para β-mirceno y limoneno para la cuantificación, respecto al fragmento 71 del estándar interno butirato de etilo.

Productos de café soluble disponibles en el mercado británico en una comparación con productos de la invención:

	ppm/MS β-mirceno	ppm/MS limoneno
Kenco Carte Noire (FD)™ KJS	0,019	0,018
Kenco Really Rich (FD)™KJS	0,001	0,006
Maxwell™ (SD) KJS	0,001	0,005
Nescafé Gold™ (FD)	0,001	0,005
Nescafé Original™(SD)	0,001	0,003
Producto secado por congelación de la invención**	0,15	0,12
Producto secado por congelación de la invención	0,55	0,08

ppm/MS: se utilizó el fragmento másico 93 para β-mirceno y limoneno para la cuantificación, respecto al fragmento 71 de estándar interno butirato de etilo.

Los ensayos comparativos demuestran que dos compuestos olorosos son específicos de cafés instantáneos según la invención: las concentraciones de β-mirceno (7-metil-3-metilén-1,6-octadieno) y limoneno (1-metil-4-isoprenil-ciclohexeno) se encontraban significativamente incrementadas en los nuevos productos.

Los dos compuestos, el β-mirceno y el limoneno, es conocido que pertenecen al aroma del café (banco de datos de TNO, "Compuestos volátiles en alimentos"). Ambos se detectan en suspensión de café tostado y molido y café de filtro por goteo utilizando el método descrito anteriormente. Los valores relativos según el método de calibración específico indican que su recuperación en la bebida de café se encuentra comprendida entre el 10% y el 25% (siendo 100% el contenido determinado en una suspensión de café tostado y molido). Para el café en polvo soluble preparado mediante el procedimiento de la invención se observó una recuperación incrementada en comparación con la bebida de café en un factor de 3 a 5.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la recuperación de componentes de aroma a partir de café recién molido, comprendiendo el procedimiento:

- agitar y humectar el café molido,
- calentar el café molido uniformemente hasta una temperatura de entre 70ºC y 95ºC,
- exponer el café molido a una presión reducida, manteniendo simultáneamente el calentamiento con el fin de proporcionar gas que contiene aroma, en el que la presión reducida es de entre 300 y 900 mbar,
- capturar el gas que contiene aroma, y
- recoger los componentes de aroma mediante, en una primera operación, la condensación del gas que contiene aroma, a una temperatura comprendida en el intervalo de -10ºC a 30ºC y, en una segunda operación, sometiendo el gas que contiene aroma a condensación criogénica a una temperatura inferior a -80ºC.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la presión reducida es de entre 350 y 700 mbar.

3. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la presión reducida es de entre 350 y 550 mbar.

4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el café molido se mantiene a una temperatura de entre 70ºC y 90ºC.

5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el café molido se mantiene a una temperatura de entre 70ºC y 90ºC, y a una presión de entre 350 y 550 mbar.