

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 521 498**

51 Int. Cl.:

**A23F 5/32** (2006.01)  
**A23F 5/38** (2006.01)  
**A23L 2/14** (2006.01)  
**A23L 2/395** (2006.01)  
**A23C 9/16** (2006.01)  
**A23P 1/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.12.2008 E 08864073 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.10.2014 EP 2227093**

54 Título: **Producto de bebida instantánea**

30 Prioridad:

**20.12.2007 US 15541**

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

**12.11.2014**

73 Titular/es:

**NESTEC S.A. (100.0%)  
Avenue Nestlé 55  
1800 Vevey, CH**

72 Inventor/es:

**BOEHM, ROBERT THOMAS;  
DONHOWE, DANIEL PAUL;  
MATHIAS, PATRICIA ANN;  
FU, XIAOPING;  
RECHTIENE, JOSEPH BERNARD;  
KESSLER, ULRICH y  
SUDHARSAN, MATHALAI BALAN**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

**ES 2 521 498 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

Producto de bebida instantánea

5 Sector de la invención

La presente invención, se refiere a un procedimiento para la producción de cafés instantáneos en polvo, los cuales, después de su reconstitución con agua, forman una superficie superior espumosa. El procedimiento, hace uso de una base en polvo, porosa, a la cual se refiere también la presente invención.

10

Antecedentes y trasfondo de la invención

De una forma general, las bebidas instantáneas, se utilizan para describir productos tales como los consistentes en el té, el café, o productos por estilo, los cuales se venden en una forma, la cual es fácil de reconstruir, con agua, para formar una bebida. Tales tipos de bebidas son, de una forma típica, en forma sólida, y éstas son fácilmente y rápidamente solubles en agua caliente.

15

El café soluble instantáneo, es una frase, la cual se utiliza para describir un café, el cual se ha preparado mediante la extracción de café tostado y molido, seguido, de una forma típica, de la reconstitución del extracto, en un producto en polvo, mediante medios convencionales, tales como los consistentes en el secado por congelación (liofilización), congelación mediante proyección pulverizada (spray), o por el estilo.

20

Con objeto de preparar una bebida, se procede simplemente a añadir agua caliente, a la materia en polvo, evitando así, de este modo, el complicado y largo proceso, en cuanto a lo referente al tiempo, el cual se encuentra involucrado cuando se procede a preparar una bebida a base de café tradicional, tostado y molido.

25

No obstante, de una forma distinta a lo que sucede con las bebidas de café preparadas a base de café y tostado y molido, aquéllos cafés se prepararan a base de café soluble, instantáneo, no exhiben, de una forma usual, un espuma fina, sobre su superficie superior, cuando éstos se reconstituyen con agua caliente.

30

La superficie superior espumada, en la bebidas preparadas a base de café tostado y molido, de una forma típica, se asocia con las máquinas las cuales elaboran la infusión con agua presurizado y / o vapor, y dicha superficie superior espumada, se provoca, por lo menos en parte, mediante dichas máquinas de elaboración de la infusión con agua presurizado y / o vapor.

35

Esta espuma, se conoce como afectando, de una forma positiva, el sabor en boca del producto, cuando se procede a su consumo y, así, de este modo, éste se desea, en gran manera, por parte de muchos consumidores. De una forma adicional, la espuma, actúa de tal forma que, ésta, conserva y mantiene una cantidad mayor de los aromas volátiles, existentes en la bebida, de tal modo que, éstos, puedan apreciarse por parte del consumidor, en lugar de perderse en el entorno medioambiental.

40

No obstante, las bebidas instantáneas, tales como las consistentes en el café soluble instantáneo, no son apropiadas para su uso con los aparatos de preparación de la infusión de café tostado y molido y, así, de este modo, la solución para el espumado de la bebida derivada del café tostado y molido, no es fácilmente aplicable a las bebidas instantáneas.

45

De una forma distinta, la espuma, debe generarse procediendo a al simple mezclado del producto de la bebida instantánea, y un líquido.

La solicitud de patente estadounidense U S – A – 6. 713. 113, da a conocer un ingrediente soluble, en polvo, el cual tiene una matriz la cual contiene un hidrato de carbono, una proteína, y un gas presurizado, atrapado. El gas, se libera mediante la adición de la materia en polvo, seca, a un líquido.

50

Las solicitudes de patente estadounidense U S – A – 4. 830. 869 y U S – A – 4. 903. 585, ambas concedidas a Wimmers, et al., dan a conocer un procedimiento para la elaboración de cafés, los cuales tienen una capa espesa de café espumado, en su superficie, similar, en cuanto lo referente a su apariencia, a un café del tipo capuchino (cappuccino). Se combina una cantidad de café instantáneo secado mediante proyección pulverizada (spray) y una pequeña cantidad de agua fría, mediante una vigorosa agitación, para formar un concentrado de café espumado. A continuación, se procede a añadir agua caliente, con objeto de elaborar la bebida de café.

55

La solicitud de patente estadounidense U S – A – 4. 618. 500, concedida a Forquer, da a conocer un procedimiento para preparar una bebida de infusión de café del tipo “espresso”, la cual tiene espuma sobre la superficie de la bebida. Se procede a inyectar vapor, al interior de la bebida de la infusión de café, con objeto de producir la espuma.

60

La solicitud de patente estadounidense U S – A – 3. 749. 378, concedida a Rhodes, da a conocer un aparato para la espumación de un extracto de café. Se procede a inyectar gas, al interior del extracto de café y, el café espumado,

65

se somete a un secado mediante proyección pulverizada (spray), con objeto de elaborar un producto de café soluble, el cual dispone una reducida densidad aparente.

5 Un procedimiento similar, es el que se describe en la patente europea EP 0 839 457 B1, concedida a Kraft Foods, en donde, el café en polvo, soluble, se forma mediante la inyección de un gas. El tamaño de las burbujas de gas, se reduce, a continuación, de tal forma que, el producto final, tenga burbujas de gas de un tamaño correspondiente a un valor de menos de 10 micrómetros.

10 Muchas de las bebidas instantáneas espumadas, carecen todavía, en la medida en que la espuma inicialmente producida, no se conserva, durante el consumo, o bien, en la medida en que, la estructura, se parece a una espuma gruesa o tosca, en lugar de una espuma fina y suave (aterciopelada), la cual, en definitiva, es la que se desea, por parte de los consumidores. De una forma alternativa, o de una forma adicional, habrá, simplemente, una cantidad insuficiente de espuma producida.

15 No se ha encontrado el hecho consistente en que, las materias en polvo, la cuales, provistas de una cierta microestructura, capaciten la producción de un producto de bebida instantánea, la cual proporcione una excelente espuma y una excelente disolución, en la reconstitución en un líquido.

20 Se ha encontrado también el hecho de que, un procedimiento para producir un precursor con una cierta microestructura y aglomeración del citado precursor, bajo unas condiciones específicas, capacita la producción de un producto de bebida instantánea, la cual proporciona una excelente espuma, después de la reconstitución con agua.

25 La aglomeración de productos alimenticios, mediante la sinterización, es ya conocida. Así, por ejemplo, la solicitud de patente estadounidense U S – A – 6. 497. 911, concedido a Niro, se refiere a un procedimiento para preparar un producto de café, soluble en agua, o un producto de té, soluble en agua, mediante la utilización de un material en forma de partículas, no rehumidificado, el cual se ha obtenido a partir de un extracto, mediante secado. Durante el proceso, se requiere la compactación externa del producto, dando ello como resultado un producto, el cual sufre del un colapso estructural de los poros internos.

30 La solicitud de patente estadounidense U S – A – 5. 089. 279, concedida a Conopco, da a conocer un procedimiento de sinterización, el cual se forma en un recipiente contenedor cerrado, de tal forma que no se pierda humedad, durante la sinterización. Éste es apropiado, por ejemplo, para los productos de confitería, ya que, éste, tiene como resultado una masa sinterizada.

35 La solicitud de patente estadounidense U S – A – 4. 394. 395, concedida a Nestlé, describe un procedimiento para la fabricación de un producto alimenticio, en donde, se procede a llenar una materia en polvo, en el interior de moldes, ligeramente comprimidos y, a continuación, ésta se calienta, con objeto de sinterizar la materia en polvo. Este proceso tiene como resultado un producto alimenticio moldeado.

40 La solicitud de patente estadounidense U S – A – 3. 592. 659, concedida a General Foods Corporation, describe un procedimiento para la aglomeración de partículas congeladas, el cual puede utilizarse en la fabricación de café instantáneo. La reconstitución de estos aglomerados, no obstante, y según se dice, genera menos espuma que el café secado por proyección pulverizada, estándar.

45 La solicitud de patente estadounidense U S – A – 3. 573. 060, concedida a Hills BROS. Coffe, se refiere a un extracto de café secado por congelación (liofilizado), el cual es altamente poroso, la congelación de choque térmico de las gotitas del extracto de café, y a continuación, procediendo a secar éstas, mediante congelación (liofilizarlas).

50 La patente alemana DE 19 750 679, concedida a Windhab et al, se refiere a emulsiones del tipo agua / aceite, o del tipo agua / aceite / agua, la cuales se liofilizan (se secan por congelación) y se sinterizan, con objeto de mejorar su almacenaje, a baja temperatura.

55 Un procedimiento para la congelación por proyección pulverizada de productos líquidos, tales como los consistentes en la leche, el café, los zumos de fruta, es el que se describe, también, en la patente estadounidense U S – 3. 670. 520, concedida a Bonteil et al.

60 Un procedimiento de secado, en donde, las sustancias líquidas, tales como el zumo de frutas, los productos farmacéuticos, los productos nutracéuticos, el té y el café, se someten a secado por congelación o liofilización, se describe, también, en la patente internacional WO 2005 / 105 253, concedida a Agresearch Limited.

No obstante, las revelaciones anteriormente mencionadas, arriba, no proporcionan un producto que tenga las requeridas y deseadas características de porosidad, para la espumación, después de la reconstitución con agua.

65 De una forma adicional, la aglomeración, mediante la utilización de proceso de sinterización, según se conoce, provoca el colapso parcial o completo de la microestructura (poros) en el producto, en la cual se mantendría el gas.

Este problema, debe abordarse, con objeto de proporcionar una bebida que tenga una deseable superficie superior espumada.

5 Así, por lo tanto, la presente invención, busca proveer una bebida en polvo, la cual, mediante su reconstitución, proporciona una deseable superficie superior espumada.

#### Resumen de la invención

10 El objeto de la presente invención, se soluciona mediante las reivindicaciones independientes. Las reivindicaciones dependientes, desarrollan de una forma adicional la idea central de la invención.

Así de este modo, en un primer aspecto, se proporciona un procedimiento para la preparación de un café instantáneo en polvo, el cual comprende las etapas de:

- 15 a. Proporcionar una materia en polvo de base, porosa.  
b. Sinterizar la materia en polvo de base, a una temperatura que se encuentre por debajo de 0 °C, para formar una torta sinterizada  
c. Moler la torta sinterizada, para proporcionar una materia en polvo  
20 d. Liofilizar la materia en polvo, para proporcionar el citado café en polvo.

Un café en polvo instantáneo, susceptible de poderse obtener mediante el citado procedimiento, es así mismo, también, parte de la presente invención.

25 En un aspecto adicional, la presente invención, se refiere a un café en polvo, instantáneo, susceptible de poderse obtener procediendo a sinterizar, en frío, una materia en polvo, porosa, liofilizada, la cual comprende una porosidad de las partículas, correspondiente a un valor de por lo menos un 35 %, un volumen de poros de los cristales de hielo, correspondiente a un valor de por lo menos 2,5 ml / g, y un tamaño de poro de los cristales de hielo, correspondiente a un valor de menos de 3 micrómetros.

30 En concordancia con un aspecto adicional de la presente invención, se proporciona un café en polvo, instantáneo, el cual tiene una porosidad espumante correspondiente a un valor de por lo menos un 35 %, en donde, la materia en polvo, comprende huecos de sublimación del hielo.

35 De una forma similar, forma también parte de la presente invención, un café en polvo instantáneo, sinterizado en frío, el cual comprende huecos de sublimación en los cristales de hielo, en la totalidad del volumen de las partículas de la materia en polvo.

40 Otro aspecto de la presente invención, se refiere a un procedimiento para la preparación de una bebida instantánea, el cual comprende la etapa de reconstituir un café en polvo, instantáneo, en concordancia con la invención, en un líquido.

#### Descripción resumida de las figuras

45 La presente invención, se describe, de una forma adicional, en parte que sigue de ese documento, con referencia a algunas de sus formas de presentación, las cuales se muestran en los dibujos de acompañamiento, y en las cuales:

50 - La figura 1, es una imagen correspondiente a una SEM (micrografía de exploración electrónica – [SEM, del inglés, scanning electrón micrograph] - ), de una muestra sinterizada, en concordancia con la presente invención, en donde, se evidencian los huecos interpartícula (1), la cavidad dejada por los cristales de hielo, después de la liofilización (secado por congelación) (2), y el poro de gas, formado durante el secado mediante proyección pulverizada (spray)(3).

55 - La figura 2, es una imagen correspondiente a una SEM, de un gránulo sinterizado, en donde se evidencia la aglomeración de las partículas de la materia en polvo.

- La figura 3, es una imagen correspondiente a una SEM, en donde se evidencia la cavidad dejada por los cristales de hielo, después de la liofilización (2), y el poro de gas formado durante la congelación mediante proyección pulverizada (spray) (3).

60 - La figura 4, es un gráfico, en el cual se compara el volumen de poros abiertos de un café liofilizado comercial (FD) y del producto de la invención (PI).

65 - La figura 5, es una imagen correspondiente a una SEM, de una materia en polvo materia en polvo liofilizada, congelada por proyección pulverizada (spray), en concordancia con la presente invención.

5 - La figura 6, es una representación del procedimiento para la producción de partículas congeladas por proyección pulverizada (spray), en concordancia con la presente invención, en donde, la posición 6.1 es, de una forma típica, un licor de café, la posición 6.2 representa la inyección de gas, la posición 6.3 es un dispositivo de mezclado, la posición 6.4 es un intercambiador de calor, la posición 6.5 es una bomba, la posición 6.6 muestra el transporte del licor espumado, previamente a su proyección pulverizada, y la posición 6.7, muestra la cámara de congelación por proyección pulverizada.

10 - La figura 7, es una representación esquemática de un gránulo en concordancia con la presente invención, el cual muestra al gránulo (1) el cual comprende poros cerrados (2), poros abiertos con un diámetro de apertura mayor de 2 micrómetros (3), y poros abiertos, con un diámetro de apertura de menos de 2 micrómetros (4).

15 - La figura 8, es una descripción del equipo utilizado para medir el volumen de crema de las muestras, en donde, la posición (8.1), es un escala de plástico, para efectuar la lectura del volumen de espuma, la posición (8.2), es un depósito de agua, la posición (8.3), es la tapa de cobertura del recipiente de reconstitución, la posición (8.4) es una válvula de conexión y, la posición (9.5), es el recipiente de reconstitución y, la posición (8.6), es la válvula de descarga.

#### Descripción detallada de la invención

20 La presente invención, se refiere a la fabricación de café en polvo instantáneo, el cual puede reconstituirse, mediante la adición de un líquido, tal como, por ejemplo, agua caliente.

25 La presente invención, se refiere a cafés en polvo, instantáneos, los cuales proporcionan una excelente superficie superior espumada (a la cual, también se le denomina "crema") al reconstituirse con un líquido, el cual confiere, al producto, unas propiedades organolépticas ventajosas.

30 En una forma de presentación de la presente invención, el café en polvo instantáneo, es en forma de gránulos. En la parte que sigue de este documento, el término "gránulo", se utiliza para describir una materia en polvo, la cual es susceptible de poderse obtener mediante la aglomeración de partículas de la materia en polvo, más pequeñas. Los gránulos, comprende, así de este modo, partículas constitutivas de materia en polvo, más pequeñas. Estas partículas constitutivas de la materia en polvo, más pequeñas, pueden fusionarse parcialmente, con objeto de formar gránulos más grandes.

35 En la presente solicitud, el término "materia en polvo", se utiliza, de una forma intercambiable, con el término "gránulos", y se usa para definir las materias en polvo, para bebidas, instantáneas, sinterizadas, correspondientes a la presente invención, y las materias en polvo, más finas, las cuales se utilizan en la producción de las citadas materias en polvo sinterizadas. Definición ésta, la cual deberá entenderse, como siendo clara, a partir del contexto.

40 Así, de este modo, la presente invención, se refiere a un procedimiento para la fabricación de un café en polvo, instantáneo, el cual comprende, en una primera etapa, la provisión de una materia en polvo de base. De una forma preferible, la materia en polvo de base, se trata de una materia en polvo congelada por proyección pulverizada (spray). Tal tipo de materia en polvo, se ilustra en la figura 5.

45 La congelación por proyección pulverizada, es una tecnología, la cual se conoce desde hace muchos años. Ésta consiste en proyectar de forma pulverizada, un líquido, convirtiéndolo en pequeñas gotitas y, de una forma simultánea, congelar las citadas pequeñas gotitas.

50 En la presente invención, la congelación mediante proyección pulverizada (spray), puede llevarse a cabo en concordancia con un procedimiento, el cual se encuentra esquematizado en la figura 6. El líquido a ser congelado mediante proyección pulverizada (spray), es un extracto de café (6.1). El extracto de café, comprende, de una forma preferible, un contenido de sólidos superior a un porcentaje del 40 %, siendo éste, de una forma más preferible, el correspondiente a un porcentaje superior a un 50 %. El extracto de café, en primer lugar, se somete a la adición de un gas (6.2), de una forma preferible, nitrógeno, por mediación de un dispositivo de aspersión, el cual distribuye al nitrógeno, de una forma homogénea. El gas, puede añadirse antes, o bien, éste puede añadirse después de la bomba de alta presión. De una forma preferible, se utiliza un dispositivo de mezclado (6.2), con objeto de asegurar una dispersión homogénea de las burbujas de gas. En una forma preferida de presentación, se utiliza un intercambiador de calor (6.4), con objeto de enfriar el extracto espumado después de la inyección de gas. La temperatura del extracto, debería llevarse a un nivel comprendido dentro de unos márgenes situados entre los 0 °C y los 60 °C, siendo ésta, de una forma preferible, de un nivel comprendido dentro de unos márgenes situados entre los 0 °C y los 30 °C, tal como una temperatura comprendida dentro de unos márgenes situados entre los 10 °C y los 25 °C, o una temperatura comprendida dentro de unos márgenes situados entre los 15 °C y los 30 °C. El extracto espumado, penetra, a continuación, en una bomba de alta presión (6.5) u homogeneizador. Así, de este modo la presión del extracto, puede incrementarse a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde los 65 bar hasta los 400 bar, y de una forma preferible, a un valor comprendido dentro de unos márgenes situados entre los 85 bar y los 250 bar. El extracto espumado (6.6) se bombea, a continuación, hacia la parte superior de la torre de congelación mediante proyección pulverizada (spray) en donde, el extracto, se atomiza.

Este procedimiento, tiene como resultado una materia en polvo, congelada mediante proyección pulverizada (spray), la cual puede utilizarse como una base para la fabricación de gránulos para bebidas instantáneas, en concordancia con la presente invención. De una forma alternativa, la materia en polvo congelada mediante proyección pulverizada, puede liofilizarse (secarse por congelación), con objeto de proporcionar una materia en polvo en forma de partículas, el cual puede utilizarse en aplicaciones de bebidas instantáneas, tales como, por ejemplo, un materia en polvo para bebida instantánea.

La materia en polvo porosa, congelada por proyección pulverizada de la presente invención, comprende un porosidad de las partículas, correspondiente a un porcentaje de por lo menos un 35 %, un volumen de poros de los cristales de hielo correspondiente a un valor de menos de 2,5 ml / g, de una forma preferible, de menos de 2,0 ml / g, y un tamaño de poro de los cristales de hielo, correspondiente a un valor de menos de 3 micrómetros, siendo éste, de una forma preferible, de un valor comprendido dentro de unos márgenes situados entre 0,1 micrómetros y 3 micrómetros. De una forma preferible, la porosidad de las partículas, es la correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes situados entre un 35 % y un 85 %, siendo ésta, de una forma más preferible, la correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes situados entre un 45 % y un 70 %.

La porosidad de las partículas, puede determinarse mediante tecnologías las cuales son conocidas por parte de aquéllas personas expertas en el arte especializado de la técnica, tales como las consistentes en la porosimetría mediante mercurio, etc. De una forma similar, el volumen de poros de los cristales de hielo y el tamaño de poro de los cristales de hielo, puede medirse mediante porosimetría mediante mercurio y mediante SEM.

De una forma preferible, la materia en polvo congelada mediante proyección pulverizada, comprende un diámetro medio del tamaño de los poros,  $D_{50}$ , correspondiente a un valor inferior a los 40 micrómetros, siendo éste, de una forma preferible, de un valor inferior a los 25 micrómetros.

La distribución del tamaño de poros de la materia en polvo congelada mediante proyección pulverizada de la presente invención, puede caracterizarse por un factor de extensión de la distribución de menos de 4, siendo éste, de una forma preferible, de menos de 2 y, de una forma mayormente preferible, de menos de 1. El factor de la extensión de la distribución, se obtiene mediante tomografía de rayos X. La extensión de la distribución, se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$\text{Extensión} = \frac{D_{90} - D_{10}}{D_{50}}$$

en donde,  $D_{90}$ ,  $D_{10}$  y  $D_{50}$ , representan, respectivamente, el tamaño de poro equivalente, el cual comprende unos porcentajes del 90 %, del 10 % y del 50 % de la anteriormente mencionada distribución del tamaño de poro. La distribución del tamaño de poro, se base en la distribución del volumen de los huecos. Así, de este modo, cuanto más bajo es el factor de extensión, más estrecha es y más homogénea es la distribución de los poros.

La materia en polvo, porosa, congelada por proyección pulverizada, se caracteriza, de una forma adicional, por una densidad real o aprovechable (en estado comprimido), correspondiente a un valor comprendida dentro de unos márgenes de 150 – 650 g / l. La materia en polvo de base, porosa, congelada mediante proyección pulverizada, tiene, de una forma preferible, un tamaño de partícula ( $D_{50}$ ), correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes situados entre los 50 micrómetros y los 300 micrómetros, siendo ésta, de una forma más preferible, la correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes situados entre los 100 micrómetros y los 200 micrómetros.

La materia en polvo de base, porosa, se utiliza, entonces, en una etapa de sinterización adicional, en concordancia con el procedimiento de la presente invención. La sinterización, se lleva a cabo a una temperatura correspondiente a un valor inferior a los 0 °C, para formar una torta sinterizada.

En concordancia con una forma de presentación, la materia en polvo de base, porosa, la cual, de una forma preferible, se congela mediante proyección pulverizada, se mantiene a una temperatura correspondiente a un valor inferior a los - 15 °C, manteniéndose, de una forma preferible, a una temperatura correspondiente a un valor inferior a los - 30 °C. Se procede, a continuación, la transferirla a una cinta transportadora, la cual pasa a través de una zona de sinterización. De una forma ideal, la materia en polvo de base, se transporta de una forma continua, al interior de un alimentador / distribuidor, a partir del cual, ésta se distribuye sobre la cinta transportadora. La cinta transportadora, transporta así, de este modo, un lecho de de las partícula de la materia en polvo de base, la cuales se encuentran empacadas, conjuntamente, de una forma suelta. De una forma preferible, no se lleva a cabo ninguna compactación del lecho, previamente a la sinterización.

La temperatura de la zona de sinterización, es la correspondiente a un valor inferior a los 0 °C, siendo ésta, de una forma preferible, la correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes situados entre los - 10 °C y los - 30 °C. De una forma preferible, la temperatura de la zona de sinterización, es mayor que la temperatura de la

partículas porosas. El tiempo de permanencia, en la zona de sinterización, puede ser inferior a un transcurso de tiempo de cuatro horas, siendo éste, de una forma preferible, inferior a la media hora.

5 Las partículas de la materia en polvo de base, cuando éstas, penetran en la zona de sinterización, se calientan a una temperatura que se encuentra por encima de su temperatura de transición vítrea, en cuyo punto, éstas empiezan a fundirse conjuntamente. El grado de sinterización, o de fusión, se incrementa con el tiempo de permanencia y la temperatura existente en la zona de sinterización. Es preferible el proceder a controlar la sinterización, al punto en el cual la partículas se funden conjuntamente, de una forma suficiente, como para mantener una estructura del producto que sea lo suficientemente fuerte, pero que no se sobre-sintericen, al punto, 10 en el cual, colapsa la microestructura interna, y se pierda el volumen de gas (responsable para la formación de la crema). A medida que la partículas se funden conjuntamente y colapsan, el volumen de los vacíos o huecos interpartícula, en el producto final (es decir, el espacio hueco entre las partículas individuales de la materia en polvo de base), empieza a disminuir, lo cual inhibe la disolución en el producto final.

15 Después de haber procedido a la sinterización, la torta sinterizada, se hace pasar, de una forma preferible, a través de una zona de refrigeración o enfriamiento. La zona de refrigeración, se encuentra a una temperatura inferior a la correspondiente a la temperatura de la zona de sinterización. De una forma típica, la zona de refrigeración, se encuentra a una temperatura correspondiente a un valor inferior a  $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ , siendo ésta, de una forma preferible, la correspondiente a un valor inferior a los  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  y, de una forma más preferible, la correspondiente a un valor inferior a los  $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ . 20

En el proceso de molido, la torta sinterizada, se conforma en gránulos, de una forma típica, teniendo un tamaño superior a un valor de  $0,5\text{ mm}$  y, de una forma preferible, teniendo un tamaño inferior a los  $4\text{ mm}$ .

25 Después de haber procedido al molido, los gránulos, se someten a secado por congelación (liofilización), mediante la utilización de procedimientos estándar. El contenido de humedad de los gránulos, después del secado por congelación es, de una forma típica, de un porcentaje del  $0,5 - 5\%$ , tal como el consistente en un porcentaje del  $0,5 - 4\%$ .

30 En una forma de presentación de la presente invención, todas las etapas del procedimiento, pueden llevarse a cabo a una temperatura correspondiente a un entorno medioambiental frío, a una temperatura correspondiente a un valor inferior a  $0\text{ }^{\circ}$ , siendo ésta, de una forma preferible, la correspondiente a un valor inferior a  $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$  y, de una forma más preferible, la correspondiente a un valor inferior a  $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

35 Los gránulos de la bebida instantánea final, pueden parecerse a una textura de café secado por congelación o liofilizado. No obstante, proceder a la reconstitución en un líquido, tratándose éste, de una forma típica, de agua, los presentes gránulos, exhiben un volumen de crema superior al de los productos conocidos. Así, por ejemplo,  $5\text{ g}$  de los presentes gránulos reconstituidos en  $200\text{ ml}$  de agua, proporcionan un volumen de crema de por lo menos  $3\text{ ml}$ . La cantidad de crema producida, puede medirse con un simple dispositivo (figura 8), consistente en recipiente de reconstitución, conectado a un depósito de agua, el cual se encuentra inicialmente bloqueado, con una válvula. 40 Después de haber procedido a la reconstitución, el recipiente de reconstitución, se cierra con una tapa de cobertura especial, la cual termina en una capilaridad provista de escala, facilitando así, de ese modo, la lectura del volumen de crema.

45 El café en polvo instantáneo obtenido mediante el presente procedimiento, puede mezclarse con cualquier otro ingrediente apropiado para su inclusión en una bebida, es decir que, por ejemplo, el café en polvo de la presente invención, puede mezclarse con una crema y / o un edulcorante, para producir una mezcla de café, la cual sea apropiada para preparar, por ejemplo, "café latte" (café con leche), "capuccino" (capuchino), o por el estilo.

50 Los gránulos sinterizados de la presente invención, se representan en la figuras 1 a 3. La figura 2, representa un gránulo en concordancia con la presente invención, en donde, las partículas en polvo iniciales, son perceptibles. La figura 1, es una imagen de SEM (micrografía de exploración electrónica), magnificada, la cual muestra los vacíos o huecos interpartícula, (1), entre las partículas en polvo de base, los vacíos o huecos de sublimación de los cristales de hielo, (2), la cual acontece en el proceso de secado por congelación o sublimación y los poros cerrados (3) 55 resultantes de la porosidad de la materia en polvo de base inicial. Éstos son también claros y se evidencian, a raíz de la figura 3, la cual es una imagen de SEM, magnificada, de los presentes gránulos.

Con referencia a la figura 7, puede verse el hecho consistente en que, los gránulos de la presente invención (1), comprenden poros cerrados (2), poros abiertos, con un diámetro de apertura correspondiente a un valor de menos de  $2\text{ micrómetros}$ , (4), y poros abiertos, con un apertura correspondiente a un valor mayor de  $2\text{ micrómetros}$  (3). De una forma adicional, los gránulos de la presente invención, comprenden así mismo, también, huecos o vacíos de sublimación, los cuales son el resultado del secado por congelación o liofilización de una torta sinterizada, fría. 60

En la reconstitución en un líquido, los gránulos de la presente invención, producen espuma. Los gránulos de la presente invención, pueden definirse así, de este modo, mediante su porosidad de la espumación. 65

La porosidad de la espumación, es una medida de la porosidad, la cual contribuye a la espumación, y a las características de la capacidad potencial de espumación de la materia en polvo de la presente invención. Así, de hecho, los poros abiertos (3), no contribuyen a la espumación, tanto como lo hacen los poros cerrados (2), si se comparan con éstos, o incluso, en algunos casos, no contribuyen no contribuyen en absoluto. Los poros con un diámetro de apertura correspondiente a un valor de menos de 2 micrómetros (4), pueden así mismo contribuir, también, al espumado, debido al hecho de que, la presión de la capilaridad, en estos poros, es mayor que la correspondiente a la presión ambiente y, ésta, puede capacitar la formación de la espuma. En la presente invención, la porosidad de la espumación, es susceptible de poderse obtener mediante la inclusión de poros cerrados (2), y de poros abiertos, los cuales tengan un diámetro de la apertura, correspondiente a un valor de menos de 2 micrómetros (4).

Así, de este modo, para los propósitos de la medición de la porosidad de la espumación, entran en consideración únicamente los poros cerrados (2), así como, también, los poros abiertos (4), los cuales tengan un diámetro de la apertura correspondiente a un valor de menos de 2 micrómetros, ya que, éstos, se consideran como contribuyendo a la espumación. La porosidad de la espumación, se obtiene mediante el factor de relación del volumen de poros, el cual contribuye a la espumación, con respecto al volumen del agregado, excluyendo el volumen de los poros abiertos, los cuales tengan un diámetro de la apertura, correspondiente a un valor superior a los 2 micrómetros. Esto puede medirse mediante la porosidad mediante mercurio, o mediante tomografía de rayos X.

La porosidad de la espumación de las presentes materias en polvo sinterizadas, de una forma similar a la de las materias en polvo porosas, previamente a la sinterización es, por lo menos, la correspondiente a un porcentaje del 35 %, tal como la correspondiente a un porcentaje de por lo menos un 40 %, ó como la correspondiente a un porcentaje de por lo menos un 50 %. De una forma preferible, la porosidad de la espumación, es la correspondiente a un porcentaje comprendido dentro de unos márgenes situados entre un 35 % y un 85 %, siendo ésta, de una forma preferible, la correspondiente a un porcentaje comprendido dentro de unos márgenes situados entre un 40 % y un 80 %, de una forma incluso más preferible, la correspondiente a un porcentaje comprendido dentro de unos márgenes situados entre un 45 % y un 70 % y, de una forma mayormente preferible, la correspondiente a un porcentaje comprendido dentro de unos márgenes situados entre un 45 % y un 65 %.

Así, de este modo, una materia en polvo, para bebidas instantáneas, la cual tenga una porosidad de espumación correspondiente a un porcentaje de menos del 35 %, en donde, la materia en polvo, comprenda vacíos o huecos de sublimación, es parte de la presente invención. De una forma similar a la de la materia en polvo congelada por proyección pulverizada, la materia en polvo sinterizada tiene, de una forma preferible, un volumen de poros de los cristales de hielo, correspondiente a un valor de menos de 2,5 ml / g, siendo éste, de una forma preferible, el correspondiente a un valor de menos de 2,0 ml / g.

Los vacíos o poros de sublimación los cuales se encuentran presentes en las materias en polvo sinterizadas, tienen una dimensión correspondiente a un valor de menos de 3 micrómetros, siendo ésta, de una forma preferible, la correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes situados entre 0,1 micrómetros y 3 micrómetros.

En concordancia con la presente invención, las materias en polvo sinterizadas, tienen un diámetro medio de los poros cerrados,  $D_{50}$ , correspondiente a un valor de menos de 80 micrómetros. De una forma preferible, los poros, tienen un diámetro medio  $D_{50}$ , correspondiente a un valor de menos de 60 micrómetros, siendo éste, de una forma más preferible, el correspondiente a un valor de menos de 50 micrómetros, de una forma incluso más preferible, el correspondiente a un valor de menos de 40 micrómetros, de una forma aún todavía más preferible, el correspondiente a un valor de menos de 30 micrómetros, y de una forma mayormente preferible, el correspondiente a un valor de menos de 50 micrómetros. La distribución del tamaño de los poros, se basa en la distribución de los espacios vacíos o huecos.

Otra característica de las materias en polvo sinterizadas de la presente invención, es la consistente en su poros abiertos (3). Estos poros abiertos, forman los canales para la penetración de líquido al interior de las materias en polvo, de la presente invención. Cuanto mayor es el volumen y el tamaño de los poros abiertos, mayor es la penetración de líquido y mayor es la disolución. Así, de este modo, las materias en polvo de la presente invención, pueden caracterizarse por su "volumen de poros abiertos", lo cual proporciona una estimación de la capacidad de disolver la materia en polvo de la presente invención. Con objeto de medir el volumen de poros abiertos por gramo de materia en polvo, el volumen de los intersticios que tienen un diámetro de abertura correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes situados entre 2 micrómetros y 500 micrómetros, es el que entra en consideración. Esto puede medirse mediante porosimetría mediante mercurio.

Las presentes materias en polvo sinterizadas, se caracterizan por un volumen de poros abiertos de menos de 3 ml / g. De una forma preferible, el volumen de poros abiertos, es el correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes situados entre 0,5 ml / g y 2,5 ml / g, siendo éste, de una forma más preferible, el correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes situados entre 0,7 y 2,0 ml / g.

Se ha encontrado, así mismo también, mediante la presente invención, el hecho de que, otro factor que influencia en la disolución y los volúmenes de la espuma, los cuales se obtienen en la reconstitución, es el consistente en la

distribución del tamaño de los poros, es decir, los vacíos o huecos internos (2), y los poros abiertos que tengan una apertura de menos de 2 micrómetros (4).

La distribución del tamaño de partícula de las materias en polvo sinterizadas, puede caracterizarse por un factor de la extensión de la distribución,  $n$ , correspondiente a un valor de menos de 4, siendo éste, de una forma preferible, el correspondiente a un valor de menos 3, de una forma más preferible, el correspondiente a un valor de menos de 2, y de una forma mayormente preferible, de un valor de menos de 1. El factor de la extensión de la distribución, se obtiene mediante tomografía de rayos X, tal y como se ha descrito anteriormente, arriba, en relación a las materias en polvo porosas, utilizadas en el proceso de sinterización.

La materia en polvo para bebida, sinterizada, tiene, de una forma preferible, una densidad real aprovechable (en estado comprimido), correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes situados entre 100 – 300 g / l.

La presente invención, proporciona así mismo, también, un café instantáneo, en polvo, sinterizado en frío, el cual comprende vacíos o huecos de sublimación de los cristales de hielo, en la totalidad del volumen de las partículas de la materia (café) en polvo.

Las presentes materias en polvo sinterizadas, pueden distinguirse de las materias en polvo secadas por congelación (liofilizadas), por su distribución del diámetro de los poros. Así, de hecho, la figura 4, muestra la distribución del tamaño de los poros de un café liofilizado (secado por congelación)(FD), del tipo comercial. Los poros con un tamaño correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde 1 hasta 40 micrómetros, se forman mediante la sublimación de cristales de hielo.

Para el producto de la invención (PI), consistente en café, tiene una distribución del tamaño de los poros, en donde, se evidencian dos picos. Los poros con tamaños correspondientes a un valor de menos de 3 micrómetros, se forman mediante la sublimación de los cristales de hielo. Los poros con unos tamaños correspondientes a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde los 10 micrómetros hasta los 500 micrómetros, se forman durante el proceso de sinterización, debido al empaque interpartícula o a los vacíos o huecos interpartícula.

Un procedimiento para la preparación de una bebida instantánea, el cual comprenda la etapa de reconstitución de una materia en polvo para café instantáneo (café en polvo instantáneo), de la forma que se ha descrito anteriormente, arriba, se considera, también en la presente invención.

La bebida, de una forma preferible, se trata de un café, o de un café con achicoria, cereal, una crema láctea o no láctea, un cacao, un chocolate, o una bebida malteada. De una forma mayormente preferible, el líquido utilizado para reconstituir los presentes gránulos, es agua caliente, pero, éste, puede ser también leche, zumo, agua fría, etc., en dependencia de la bebida final que se desee.

La presente invención, se ilustra, de una forma adicional, por mediación de los siguientes ejemplos no limitativos.

## **Ejemplos**

### **Ejemplo 1**

**Porosimetría mediante mercurio, con objeto de evaluar la porosidad de la espumación, la porosidad de las partícula, y el volumen de los poros abiertos, de una materia en polvo sinterizada, en concordancia con la presente invención.**

Para la evaluación de la estructura, se utiliza un dispositivo del tipo "AutoPore IV 9520" (de la firma Micrometrics Inc., Norcross, GA, USA). La presión operativa para la intrusión del Hg, era la correspondiente a un valor comprendida dentro de unos márgenes que van desde los 0,4 psia, hasta los 900 psia (con la baja presión correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde los 0,4 psia hasta los 40 psia, y el puerto de alta presión, correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde los 30 psia hasta los 900 psia). El diámetro de poro, bajo esta presión, es el correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde los 500  $\mu\text{m}$  hasta los 0,01  $\mu\text{m}$ . Los datos reportados en esta nota, serán el volumen de los poros (ml / g), a diferentes diámetros de poro ( $\mu\text{m}$ ).

Se procede a pesar, de una forma precisa, de aprox. 0,1 a aprox. 0,4 g de muestra, y se cargan en un penetrómetro (volumen de 3,5 ml, con un diámetro del cuello o del tronco de capacidad de 0,3 mm, y un volumen del tronco de 0,5 ml).

Después de haber procedido a insertar el penetrómetro en el puerto de baja presión, la muestra, se evacua a 1,1 psia / minuto y, a continuación, se cambia a una tasa media de 0,5 psia y un tasa rápida de 900  $\mu\text{m}$  de Hg. El objetivo de la evacuación, es de 60  $\mu\text{m}$  de Hg. Después de haberse alcanzado el objetivo, se continúa con la evacuación, durante un transcurso de tiempo de 5 minutos, antes de que se haya cargado Hg en su interior.

La medición, se lleva a cabo en un equilibrado a tiempo ajustado. Esto significa los puntos de presión en los cuales debe procederse a tomar los datos, y el tiempo transcurrido a esta presión, en el modo de equilibrado (10 segundos) a tiempo ajustado. De una forma aproximada, se procede a recolectar 140 puntos de datos, en los rangos de presión.

El volumen aparente del granulado, se obtiene a partir del volumen inicial de mercurio y el soporte de la muestra. El volumen de los poros abiertos, con un diámetro de apertura mayor de 2 micrómetros (3), se obtiene después de la intrusión con mercurio, hasta un diámetro de 2 micrómetros. La substracción de este volumen, del volumen aparente del granulado, proporciona el nuevo volumen del granulado, el cual comprende, entonces, poros cerrados (2), poros abiertos con diámetros de apertura inferiores a 2 micrómetros (4) y el volumen de la matriz de café. El volumen de los poros cerrados, los poros abiertos con aperturas superiores a 2 micrómetros, en el granulado, se obtiene mediante la substracción del volumen de la matriz de café, del nuevo volumen del granulado. El volumen de la matriz de café, se obtiene a partir del peso de la muestra y la densidad de la matriz de café. La porosidad de la espumación, es el factor de relación del volumen de los poros cerrados y de los poros abiertos, los cuales tienen un diámetro de apertura de menos de 2 micrómetros, con respecto al nuevo volumen del granulado.

La porosidad de las partículas del materia en polvo precursora, puede medirse mediante la utilización del procedimiento descrito en la patente estadounidense U S 60 / 976. 229.

El volumen de los poros abiertos, por gramo de producto, en el rango de diámetros correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde 1 micrómetro hasta 500 micrómetros, proporciona el "volumen de los poros abiertos".

#### **Determinación de la estructura interna de las partículas de café, mediante tomografía de rayos X micro-computerizada**

Las exploraciones mediante tomografía de rayos X, se llevan a cabo con un aparato del tipo "1172 Kyscan MCT (Anwerpen, Bélgica), con un rayos X de 80 kV, y 100  $\mu$ A. Las exploraciones, se llevan a cabo en un software informático del tipo "Skyscan software" (versión 1.5 (construcción 0) A (con cámara Hamamatsu de 10 Mp), la reconstrucción, con el sistema de software informático del tipo "Skyscan recon software" (versión 1.4.4) y análisis mediante imagen en 3D, con un software informático del tipo "CTan software (versión 1.7.0.3, 64 - bit).

Con objeto de obtener un tamaño de píxel de 1  $\mu$ m, la cámara, se ajusta a 4000 x 2096 píxel y, las muestras, se emplazaron en la posición "Far" (lejana). El tiempo de exposición, es de 2356 ms. La exploración, se lleva a cabo a 180°, la etapa de rotación, es de 0,3° y, el promediado del fotograma, es de 4.

La reconstitución del conjunto de datos, se lleva a cabo a 800 cortes, de media, con un contraste de ajustes a 0 – 0,25. El alisado y el artefacto de pista, se ajustan a unos valores de 1 y 10, respectivamente.

Los análisis de las imágenes en 3D, se llevan a cabo en los conjuntos de datos a 1  $\mu$ m por píxel. El análisis, se lleva a cabo en dos etapas: una primera etapa, para seleccionar la región de interés en el granulado a ser analizado, mediante la exclusión de los poros abiertos, con una apertura mayor a 2 micrómetros y, la segunda etapa, para obtener la distribución de la porosidad en la región seleccionada de interés. El valor de la porosidad de la espumación obtenida mediante esta técnica, se ajusta de una forma muy íntima al valor obtenido mediante la porosimetría mediante mercurio.

#### **Selección del volumen de interés**

Las imágenes, de una resolución de 1  $\mu$ m por píxel, se segmentan a un valor de 20 – 255, se limpian, mediante la eliminación de los puntos individuales, inferiores a 16 píxel y, a continuación, éstos se dilatan, mediante morfología matemática (radio de 3 píxeles). La selección del volumen de interés, se lleva a cabo mediante la función de reducción - envoltura y, a continuación, este volumen, se reduce mediante morfología matemática (radio de 3 píxeles), con objeto de ajustar las superficie de las partículas.

#### **Distribución del espacio vacío en la región de interés**

Se procede a recargar las imágenes, y éstas se segmentan a 40 – 255. La porosidad de la espumación, se calcula, a continuación, como el factor de relación del volumen de poros fuera del volumen de la región de interés. La separación de la estructura, proporciona la distribución del tamaño de los poros.

El volumen de los poros abiertos, por gramo de producto, en el rango de diámetros correspondiente a un valor inferior a los 3 micrómetros, proporciona el volumen abierto mediante el cristal de hilo. A este factor, se le hace referencia como el volumen de los poros de los cristales de hielo. Puede también entrar en consideración, un rango preferencial correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes situados entre 0,1 y 3 micrómetros.

**Ejemplo 2 a - Preparación de la materia porosa de base**

- 5 1. Se procedió a añadir gas nitrógeno, al café concentrado, el cual estaba compuesto por una mezcla de 85 % de Arábica / 15 % de Robusta, con un contenido de sólidos correspondiente a un porcentaje superior a un 55 %, por mediación de un dispositivo de aspersion, el cual distribuía el nitrógeno de una forma homogénea.
2. La tasa de adición de nitrógeno, era la correspondiente a un valor de 2,2 litros de nitrógeno por kg de sólidos de café.
- 10 3. La mezcla de gas / extracto, se hizo pasar a través de un mezclador de alto cizallamiento, con objeto de asegurar una dispersión homogénea de las burbujas de nitrógeno, así como una reducción del tamaño de las burbujas.
- 4.- El extracto espumado, se hizo pasar, inmediatamente, a través del intercambiador de calor, con objeto de enfriar el extracto, a una temperatura correspondiente a un valor de aprox. 27 °C.
- 15 5. El extracto espumado, entró, inmediatamente después, en una bomba de alta presión, y éste se comprimió a una presión correspondiente a un valor de 135 bar.
- 20 6.- El extracto, se atomizó a una presión correspondiente a un valor de 135 bar, con una tobera individual de proyección arremolinada de fluido.
- 7.- La materia en polvo de base, congelada, se utilizó para producir un producto secado por congelación (liofilizado), con una estructura porosa.
- 25 La materia en polvo de base, secado, produjo un volumen de crema correspondiente a un valor de 7,5 ml. La materia en polvo de base, tenía una distribución del tamaño de las partículas,  $D_{50}$ , correspondiente a un valor de 218 micrómetros, y una densidad real o aprovechable (en estado comprimido), correspondiente a un valor de 335 g / l.

**Ejemplo 2 b - Preparación de la materia porosa de base**

- 30 1. Se procedió a añadir gas nitrógeno, al café concentrado, el cual estaba compuesto por una mezcla de 90 % de Arábica / 10 % de Robusta, con un contenido de sólidos correspondiente a un porcentaje superior a un 55 %, por mediación de un dispositivo de aspersion, el cual distribuía el nitrógeno de una forma homogénea.
- 35 2. La tasa de adición de nitrógeno, era la correspondiente a un valor de 2,2 litros de nitrógeno por kg de sólidos de café.
3. La mezcla de gas / extracto, se hizo pasar a través de un mezclador de alto cizallamiento, con objeto de asegurar una dispersión homogénea de las burbujas de nitrógeno, así como una reducción del tamaño de las burbujas.
- 40 4.- El extracto espumado, se hizo pasar, inmediatamente, a través del intercambiador de calor, con objeto de enfriar el extracto, a una temperatura correspondiente a un valor de aprox. 27 °C.
- 45 5. El extracto espumado, entró, inmediatamente después, en una bomba de alta presión, y éste se comprimió a una presión correspondiente a un valor de 100 bar.
- 7.- El extracto, se atomizó a una presión correspondiente a un valor de 100 bar, con una tobera individual de proyección arremolinada de fluido.
- 50 8.- La materia en polvo de base, congelada, se utilizó para producir un producto secado por congelación (liofilizado), con una estructura porosa.
- La materia en polvo de base, secado, produjo un volumen de crema correspondiente a un valor de 6,1 ml. La materia en polvo de base, tenía una distribución del tamaño de las partículas,  $D_{50}$ , correspondiente a un valor de 226 micrómetros, y una densidad real o aprovechable (en estado comprimido), correspondiente a un valor de 481 g / l.
- 55

**Ejemplo 2 c - Preparación de la materia porosa de base**

- 60 1. Se procedió a añadir gas nitrógeno, al café concentrado, el cual estaba compuesto por una mezcla de 85 % de Arábica / 15 % de Robusta, con un contenido de sólidos correspondiente a un porcentaje superior a un 52 %, por mediación de un dispositivo de aspersion, el cual distribuía el nitrógeno de una forma homogénea.
2. La tasa de adición de nitrógeno, era la correspondiente a un valor de 2,9 litros de nitrógeno por kg de sólidos de café.
- 65

3. La mezcla de gas / extracto, se hizo pasar a través de un mezclador de alto cizallamiento, con objeto de asegurar una dispersión homogénea de las burbujas de nitrógeno, así como una reducción del tamaño de las burbujas.

5 4.- El extracto espumado, se hizo pasar, inmediatamente, a través del intercambiador de calor, con objeto de enfriar el extracto, a una temperatura correspondiente a un valor de aprox. 36 °C.

5. El extracto espumado, entró, inmediatamente después, en una bomba de alta presión, y éste se comprimió a una presión correspondiente a un valor de 135 bar.

10 7.- El extracto, se atomizó a una presión correspondiente a un valor de 135 bar, con una tobera individual de proyección arremolinada de fluido.

8.- La materia en polvo de base, congelada, se utilizó para producir un producto secado por congelación (liofilizado), con una estructura porosa.

15 La materia en polvo de base, secado, produjo un volumen de crema correspondiente a un valor de 6,8 ml. La materia en polvo de base, tenía una distribución del tamaño de las partículas,  $D_{50}$ , correspondiente a un valor de 177 micrómetros, y una densidad real o aprovechable (en estado comprimido), correspondiente a un valor de 545 g / l.

20 **Ejemplo 2 d - Preparación de la materia porosa de base**

1. Se procedió a añadir gas nitrógeno, al café concentrado, el cual estaba compuesto por una mezcla de 85 % de Arábica / 15 % de Robusta, con un contenido de sólidos correspondiente a un porcentaje superior a un 59 %, por mediación de un dispositivo de aspersión, el cual distribuía el nitrógeno de una forma homogénea.

25 2. La tasa de adición de nitrógeno, era la correspondiente a un valor de 2,2 litros de nitrógeno por kg de sólidos de café.

30 3. La mezcla de gas / extracto, se hizo pasar a través de un mezclador de alto cizallamiento, con objeto de asegurar una dispersión homogénea de las burbujas de nitrógeno, así como una reducción del tamaño de las burbujas.

4.- El extracto espumado, se hizo pasar, inmediatamente, a través del intercambiador de calor, con objeto de enfriar el extracto, a una temperatura correspondiente a un valor de aprox. 38 °C.

35 5. El extracto espumado, entró, inmediatamente después, en una bomba de alta presión, y éste se comprimió a una presión correspondiente a un valor de 155 bar.

7.- El extracto, se atomizó a una presión correspondiente a un valor de 155 bar, con una tobera individual de proyección arremolinada de fluido.

40 8.- La materia en polvo de base, congelada, se utilizó para producir un producto secado por congelación (liofilizado), con una estructura porosa.

45 La materia en polvo de base, secado, produjo un volumen de crema correspondiente a un valor de 7,2 ml. La materia en polvo de base, tenía una distribución del tamaño de las partículas,  $D_{50}$ , correspondiente a un valor de 113 micrómetros, y una densidad real o aprovechable (en estado comprimido), correspondiente a un valor de 557 g / l.

**Ejemplo 3 a – Preparación de gránulos de una bebida instantánea**

50 Se procedió a conformar un precursor (materia en polvo porosa, congelada por proyección pulverizada), en tortas delgadas, mediante la utilización de un procedimiento manual de preparación, es decir, procediendo a llenar a mano el precursor, en una sartén de forma rectángula de unas dimensiones de 410 mm x 610 mm x 20 mm.

55 Las tortas, se transfirieron manualmente a una cinta de sinterización, de acero inoxidable, localizada en un entorno medioambiental a una temperatura correspondiente a un valor de – 40 °C.

Las tortas colocadas sobre la cinta, se transportaron al interior de una zona de sinterización calentada, con una temperatura del aire correspondiente a un valor de – 14 °C, durante un tiempo de permanencia de 18 minutos.

60 Después del proceso de sinterización, las tortas, penetraron en una zona de refrigeración, éstas se retiraron de la cinta y, a continuación, se procedió a su molido, para formar una textura correspondiente a un aspecto de secado por congelación (liofilizada), con un tamaño de partícula correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde los 0,6 mm hasta los 3,2 mm.

65 Todas las etapas que se han descrito anteriormente, arriba, tuvieron lugar en un entorno medioambiental frío, con una temperatura correspondiente a un valor de – 40 °C.

Después de haber procedido a la texturación, el producto de café congelado, molido, se secó mediante congelación (se liofilizó), en una cámara de vacío discontinua (por lotes), para producir el producto final, secado. El contenido final de humedad de los productos secados, era el correspondiente a un porcentaje del 1,9 %.

5

El producto final, tenía las siguientes propiedades:

a. Densidad real o aprovechable (en estado comprimido) = 195 g / l

b. Volumen de crema = 4,1 ml

10

**Ejemplo 3 b – Preparación de gránulos de una bebida instantánea**

Se procedió a distribuir el precursor (materia en polvo porosa, congelada por proyección pulverizada), producido en el ejemplo 2 b, en una cinta transportadora de acero inoxidable, en un entorno medioambiental a una temperatura de – 40 C. La profundidad del lecho o capa, era la correspondiente a un valor de aprox. 10 mm.

15

El lecho o capa, se transportó al interior de una zona de sinterización calentada, con una temperatura del aire correspondiente a un valor de – 11 °C, durante un tiempo de permanencia de 20 minutos.

20

Después del proceso de sinterización, el lecho (capa), penetró en una zona de refrigeración y, a continuación, éste se molió, para formar una textura correspondiente a un aspecto de secado por congelación (liofilizada), con un tamaño de partícula correspondiente a un valor comprendido dentro de unos márgenes que van desde los 0,6 mm hasta los 3,2 mm.

25

Todas las etapas que se han descrito anteriormente, arriba, tuvieron lugar en un entorno medioambiental frío, a una temperatura correspondiente a un valor de – 40 °C.

Después de haber procedido a la texturación, el producto de café congelado, molido, se secó mediante congelación (se liofilizó), en una cámara de vacío discontinua (por lotes), para producir el producto final, secado.

30

El contenido final de humedad de los productos secados, era el correspondiente a un porcentaje del 0,6 %.

El producto final, tenía las siguientes propiedades:

35

a. Densidad real o aprovechable (en estado comprimido) = 232 g / l

b. Volumen de crema = 6,9 ml

**REIVINDICACIONES**

- 1.- Procedimiento para la preparación de un café instantáneo en polvo, el cual comprende las etapas de:
- 5 a. Proporcionar una materia en polvo de base, porosa.  
b. Sinterizar la materia en polvo de base, a una temperatura que se encuentre por debajo de 0 °C, para formar una torta sinterizada, en donde, la temperatura de la zona de sinterización, es mayor que la temperatura de la materia en polvo porosa de base  
c. Moler la torta sinterizada, para proporcionar una materia en polvo  
10 d. Liofilizar la materia en polvo, para proporcionar el citado café en polvo.
- 2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, en donde, la café en polvo instantáneo, es en forma de gránulos.
- 3.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 ó 2, en donde, la materia en polvo se congela mediante proyección pulverizada.  
15
- 4.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde, la materia en polvo porosa, tiene una porosidad de las partículas de por lo menos un 35 %.
- 20 5.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 4, en donde, la materia en polvo porosa de base, tiene un volumen de poros en los cristales de hielo, de menos de 2,5 ml / g, siendo éste, de una forma preferible, de menos de 2,0 ml / g, y un tamaño de poros de los cristales de hielo, de meno de 3 micrómetros, siendo éste, de una forma preferible, de un valor situado entre 0,1 y 3 micrómetros.
- 25 6.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde, la materia en polvo porosa de base, se mantiene a una temperatura inferior a 0 °C, previamente a la sinterización.
- 30 7.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde, la sinterización, se lleva a cabo en una zona de sinterización, a través de la cual avanza una cinta transportadora que porta la materia en polvo de base.
- 8.- Procedimiento, según la reivindicación 7, en donde, la zona de sinterización, se encuentra a una temperatura por encima de - 30 °C, encontrándose ésta, de una forma preferible, a una temperatura superior a - 20 °C.
- 35 9.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde, la tarta sinterizada, se hace pasar a través de un zona de refrigeración, previamente al molido.
- 40 10.- Procedimiento, según la reivindicación 9, en donde, la zona de refrigeración, se encuentra a una temperatura inferior a la temperatura de la zona de sinterización.
- 11.- Procedimiento, según la reivindicación 10, en donde, la zona de refrigeración, se encuentra a una temperatura inferior a - 10 °C, siendo ésta, de una forma preferible, inferior a - 20 °C y, de una forma más preferible, inferior a - 30 °C.
- 45 12.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde, el café en polvo instantáneo, tiene partículas las cuales presentan un tamaño superior a 0,5 mm, de una forma preferible, inferior a 4 mm.
- 50 13.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde, el contenido de humedad del café en polvo instantáneo, después de la liofilización, es de un porcentaje del 0,5 - 5%.
- 14.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde, todas las etapas, se llevan a cabo en un entorno ambiental frío, a una temperatura que se encuentra por debajo de los 0 °C.
- 55 15.- Café en polvo instantáneo, susceptible de poderse obtener mediante un procedimiento en concordancia con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes.
- 60 16.- Café en polvo instantáneo, susceptible de poderse obtener mediante la sinterización en caliente de una materia en polvo porosa, congelada mediante proyección pulverizada, de un extracto de café, el cual comprende una porosidad de las partículas de por lo menos un porcentaje del 35 %, un volumen de poros de poros de los cristales de hielo, de menos de 2,5 ml / g, y un tamaño de poros de los cristales de hielo, de menos de 3 micrómetros.
- 65 17.- Café en polvo instantáneo, el cual tiene una porosidad de la espumación, de por lo menos un porcentaje del 35 %, en donde, la materia en polvo, comprende huecos de sublimación de hielo.

- 18.- Café en polvo instantáneo, según la reivindicación 17, el cual tiene un volumen de poros de los cristales de hielo, de menos de 2,5 ml / g, siendo éste, de una forma preferible, de menos de 2,0 ml / g.
- 5 19.- Café en polvo instantáneo, según las reivindicaciones 17 ó 18, en donde, los huecos de sublimación de hielo, tienen una dimensión de menos de 3 micrómetros, siendo ésta, de una forma preferible, de un valor situado entre 0,1 y 3 micrómetros.
- 10 20.- Café en polvo instantáneo, según una cualquiera de las reivindicaciones 17 a 19, el cual comprende un diámetro medio del tamaño de poro, de menos de 40 micrómetros, siendo éste, de una forma preferible, de menos de 25 micrómetros.
- 15 21.- Café en polvo instantáneo, según una cualquiera de las reivindicaciones 17 a 20, el cual tiene un volumen de poros abiertos, comprendido dentro de unos márgenes de 0,5 – 2,5 ml / g, siendo éste, de una forma preferible de un valor comprendido entre 0,7 – 2,0 ml / g.
- 20 22.- Café en polvo instantáneo, según una cualquiera de las reivindicaciones 17 a 21, el cual comprende un factor de extensión de la distribución, n, de menos de 4, siendo éste, de una forma preferible, de menos de 1.
- 25 23.- Café en polvo instantáneo, según una cualquiera de las reivindicaciones 17 a 22, el cual tiene una densidad real, comprendida dentro de unos márgenes de 100 – 300 g / l.
- 24.- Café en polvo instantáneo, sinterizado en frío, el cual comprende huecos de sublimación en los cristales de hielo, en la totalidad del volumen de las partículas de la materia en polvo.
- 25 25.- Procedimiento para la preparación de una bebida instantánea, el cual comprende la etapa de reconstituir un café en polvo instantáneo, según una cualquiera de las reivindicaciones 15 ó 17 a 24, en un líquido.
- 26.- Procedimiento, según la reivindicación 36, en donde, el líquido, es agua caliente.
- 30 27.- Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones 25 ó 26, en donde, en la reconstitución en un líquido, se producen por lo menos 3 ml de crema.

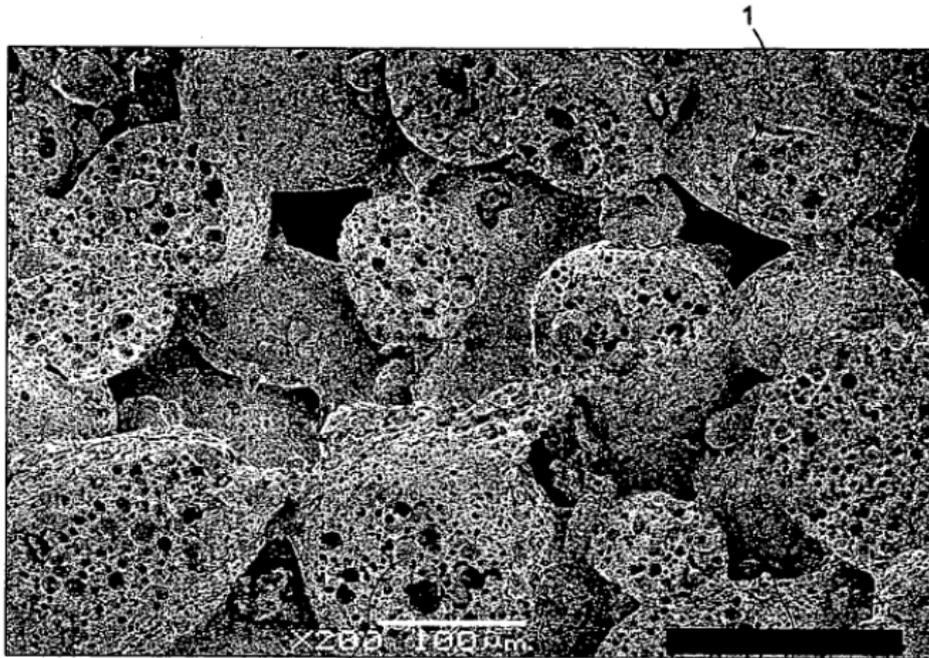


FIG. 1

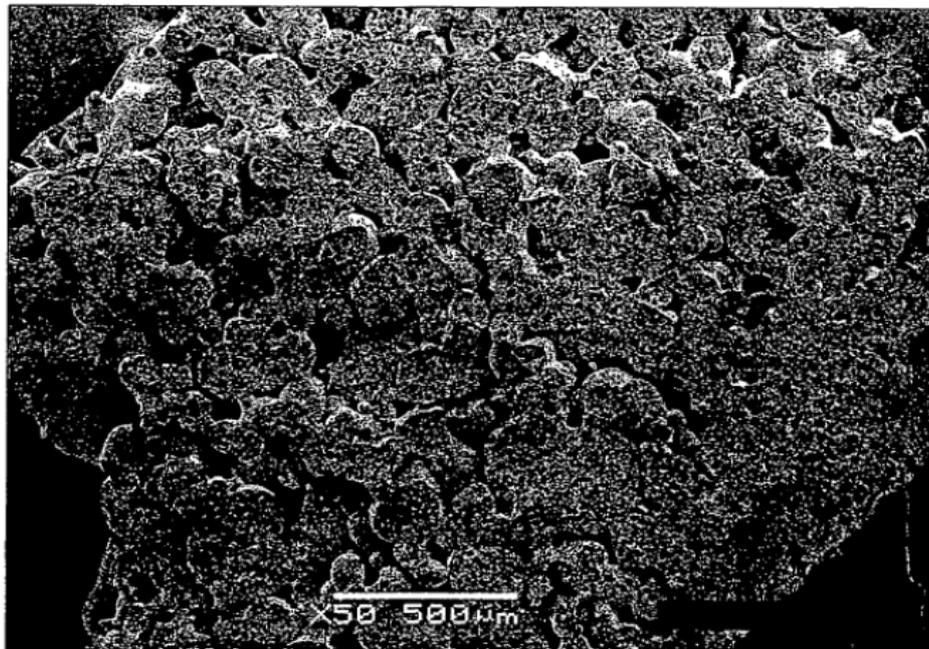


FIG. 2

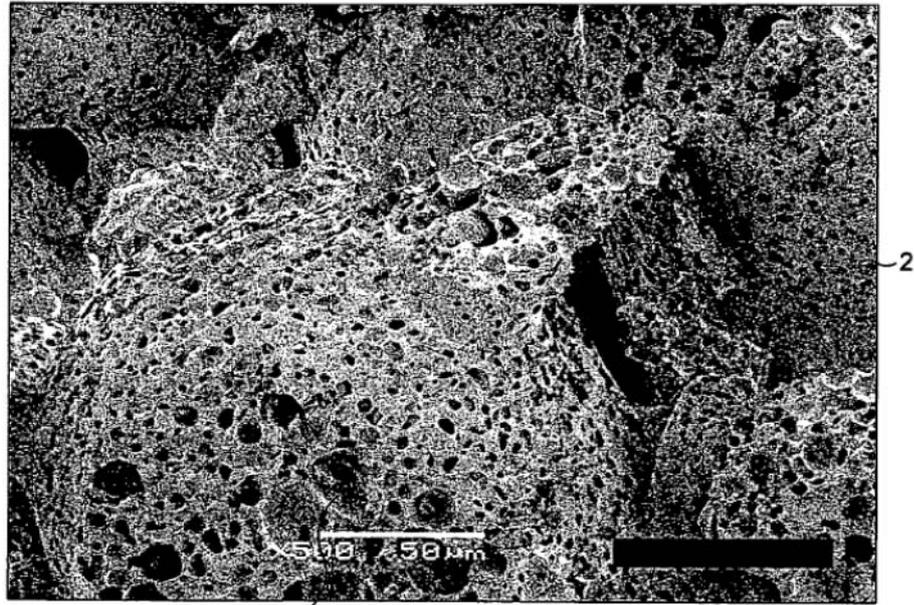


FIG. 3

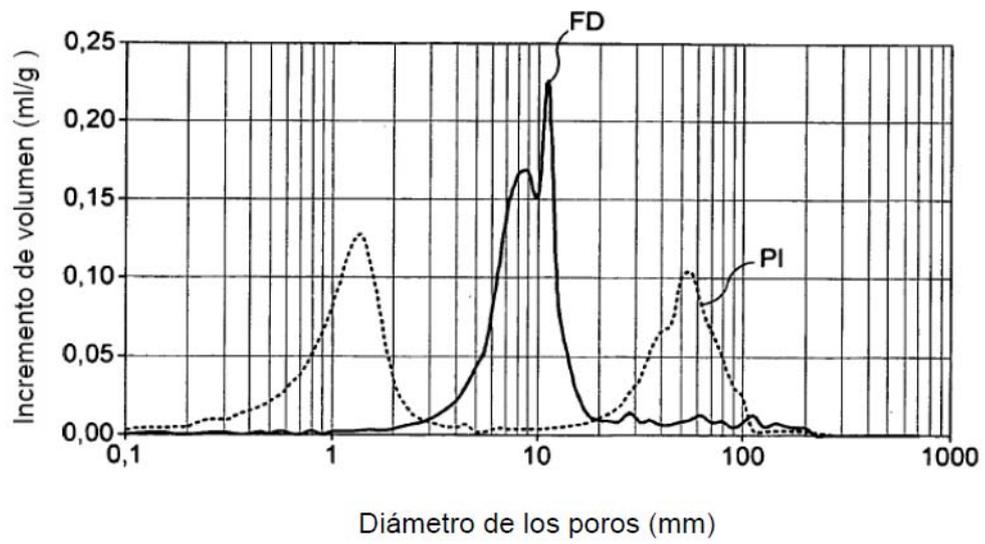


FIG. 4

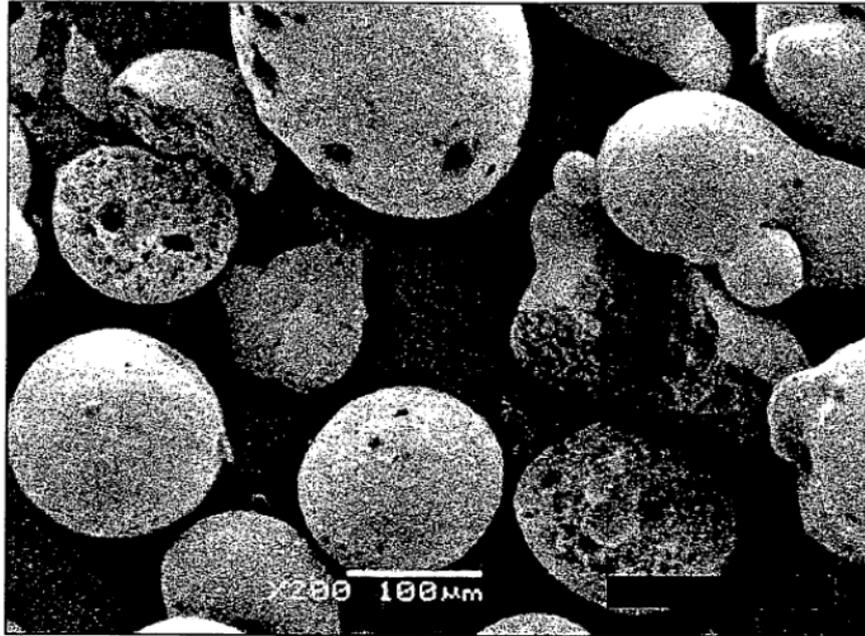


FIG. 5

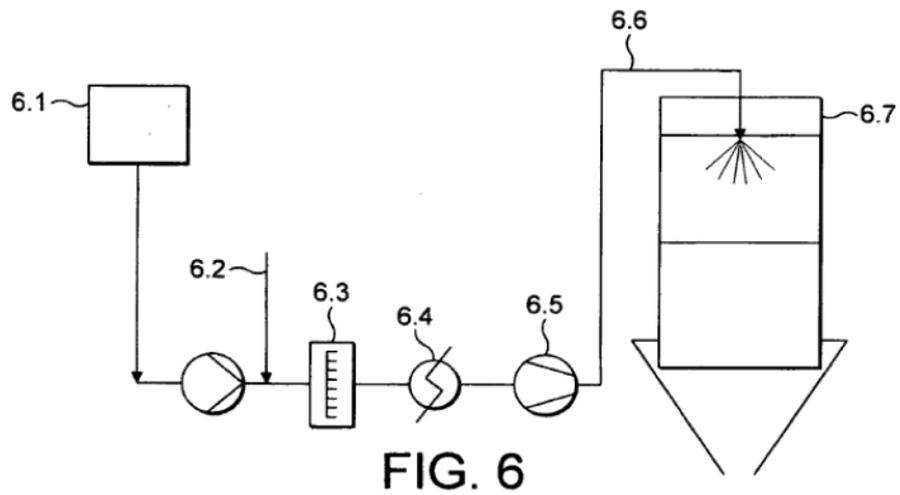


FIG. 6

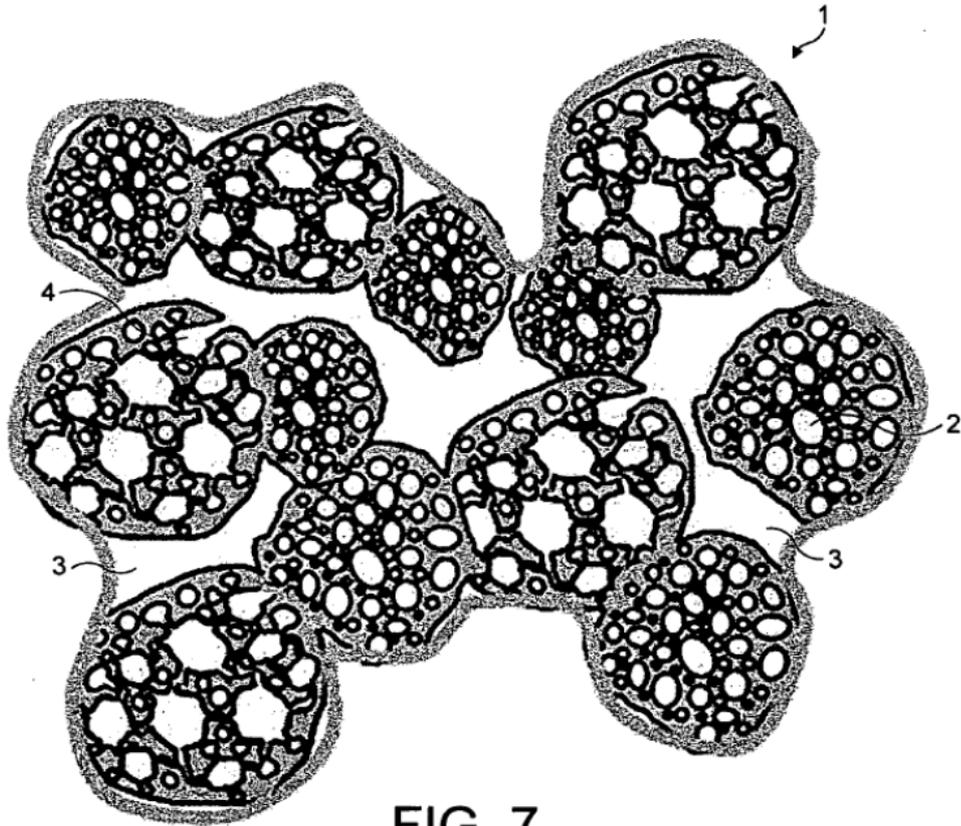


FIG. 7

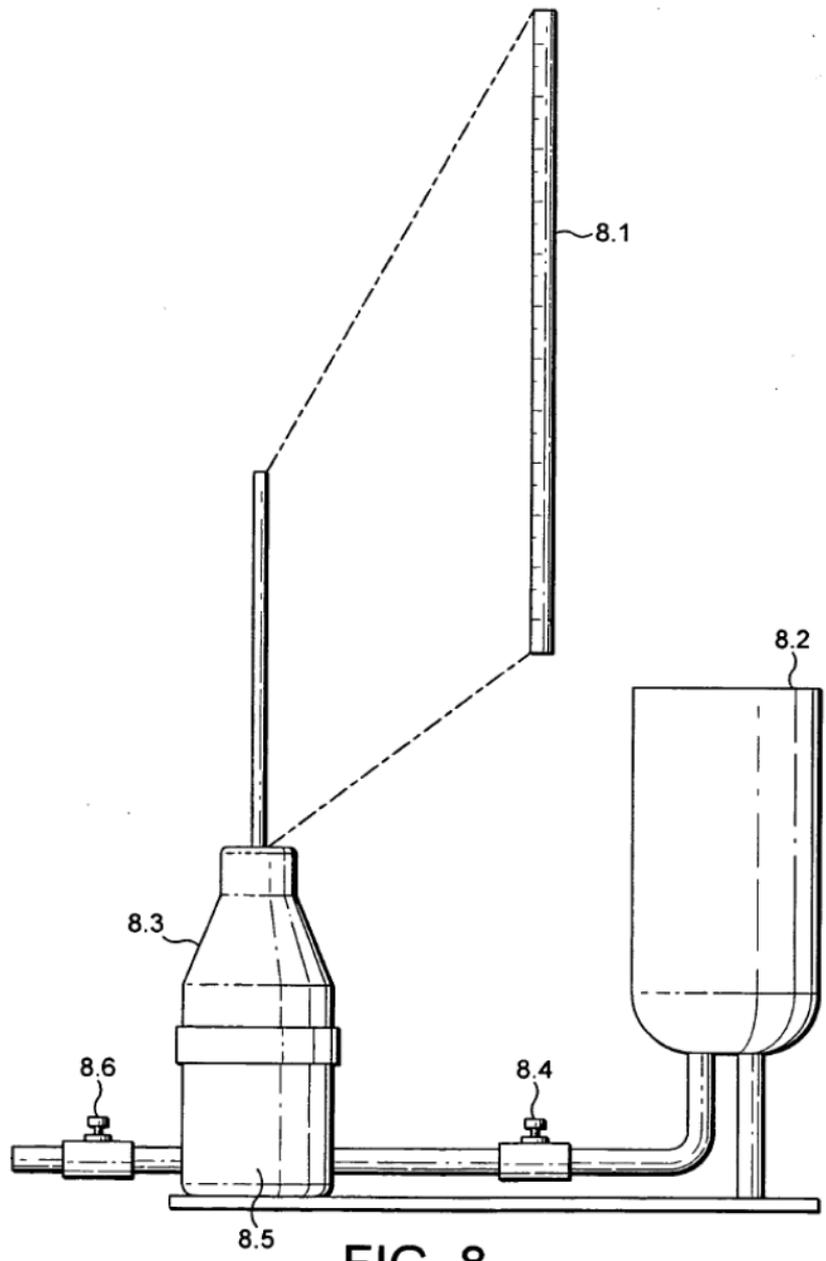


FIG. 8