

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 539 958**

51 Int. Cl.:

A23F 5/32 (2006.01)

A23F 5/36 (2006.01)

A23F 5/38 (2006.01)

A23L 2/395 (2006.01)

A23P 1/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.03.2010 E 10709240 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.06.2015 EP 2413707**

54 Título: **Producto de bebida instantánea**

30 Prioridad:

01.04.2009 US 165731 P

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

07.07.2015

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**BOEHM, ROBERT THOMAS;
DONHOWE, DANIEL PAUL;
FU, XIAOPING;
PAGIDALA, JAYA BHARATH REDDY y
SUDHARSAN, MATHALAI BALAN**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 539 958 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 **Ámbito de la invención**

La presente invención se refiere a un método para la fabricación de un producto de café instantáneo que, después de la reconstitución con un líquido, forma una superficie superior espumosa. El método emplea un polvo base poroso.

10

Antecedentes de la invención

En general, el término bebidas instantáneas se emplea para describir productos tales como el tea, el café, el chocolate o similares, que se venden en una forma que es fácilmente reconstituible con agua para generar una bebida. Tales bebidas se presentan normalmente en forma sólida y se disuelven fácilmente en agua caliente.

15

El café soluble instantáneo es una expresión empleada para describir el café que se ha preparado por extracción de café tostado y molido y después normalmente por reconstitución del extracto en un producto pulverulento por medios convencionales, por ejemplo por liofilización, secado de atomización o similares.

20

Con el fin de preparar una bebida se añade simplemente agua caliente al polvo, de este modo se evita el proceso complicado y lento que supone la preparación de una bebida a partir del café tostado y molido tradicional.

25

Sin embargo, a diferencia de las bebidas de café preparadas a partir de café tostado y molido, las que se preparan a partir del café soluble instantáneo no presentan normalmente una espuma fina en la superficie superior cuando se reconstituyen con agua caliente.

La superficie superior espumada de las bebidas preparadas con café tostado y molido está asociada normalmente con y causada, por lo menos en parte, las máquinas que generan la infusión con agua a presión y/o vapor.

30

Se sabe que esta espuma afecta positivamente la sensación generada por el producto en la boca cuando se consume y por ello es muy deseada por muchos consumidores. Además, la espuma actúa reteniendo una mayor cantidad de aromas volátiles dentro de la bebida, de modo que el consumidor puede apreciarlos antes de que se pierdan en el entorno circundante.

35

Con todo, las bebidas instantáneas como el café soluble instantáneo no son apropiadas para el uso en aparatos que preparan infusiones de café tostado y molido y por ello la solución para la espumación de la bebida derivada de café tostado y molido no puede aplicarse fácilmente a las bebidas instantáneas.

40

En su lugar, la espuma tiene que generarse por simple mezclado del producto de bebida instantánea y un líquido.

En la patente US-A-6,713,113 se describe un ingrediente pulverulento soluble espumante, que es una matriz que contiene un hidrato de carbono, una proteína y un gas presurizado atrapado en ella. El gas se libera después de verter el polvo seco sobre un líquido.

45

En las patentes US-A-4,830,869 y US-A-4,903,585, ambas de Wimmers y col., se describe un método para preparar una bebida de café que tiene una capa gruesa de café espumado en su superficie, similar al aspecto de un café cortado ("capuchino"). Se combinan una cantidad medida de café instantáneo secado por atomización y una pequeña cantidad de agua con agitación vigorosa para formar un concentrado de café espumado. A continuación se añade agua caliente para preparar una bebida de café.

50

En la patente US-A-4,618,500 de Forquer se describe un método para preparar una bebida de tipo infusión de café solo ("espresso"), que tiene espuma en la superficie de la bebida. Se inyecta vapor en la infusión de bebida de café para producir la espuma.

55

En la patente US-A-3,749,378 de Rhodes se describe un aparato para espumar un extracto de café. Se introduce un gas en el extracto de café y después se seca por atomización el café espumado para obtener un producto de café soluble que tenga una densidad aparente baja.

60

Un proceso similar se describe en la patente EP 0 839 457 B1 de Kraft Foods, en la que se espuma el polvo de café soluble por inyección de un gas. Después se reduce el tamaño de las burbujas de gas de tal manera que el producto final tenga burbujas de gas de menos de 10 micras.

65

En la patente EP 1 627 568 se describe un ingrediente espumante pulverulento producido por calentamiento de un polvo poroso a presión.

5 Todavía se echan de menos muchas bebidas espumadas instantáneas por el hecho de que la espuma producida inicialmente no se conserva durante el consumo o de que la estructura parece la de una espuma grosera y no una espuma fina y suave (aterciopelada), que es la que los consumidores desean a fin de cuentas. Como alternativa o además, lo que ocurre es que la espuma producida es simplemente insuficiente.

10 Ahora se ha encontrado que los polvos que tienen una cierta microestructura permiten la obtención de un producto de bebida instantánea que proporciona una disolución y espuma excelente después de su reconstitución en un líquido.

15 Se ha encontrado también que un proceso de producción de un producto previo ("precursor") que tenga una cierta microestructura y la aglomeración de dicho precursor en condiciones específicas permite la generación de un producto de bebida instantánea que proporciona una espuma excelente cuando se reconstituye con agua.

20 Ya es conocida la aglomeración de productos alimentarios por sinterización. Por ejemplo, en la patente US-A-6,497,911 de Niro se describe un proceso de de preparación de un producto de café o té soluble en agua empleando un material dividido en partículas no rehumedecido, obtenido por secado de un extracto. Durante el proceso se requiere la compactación externa del producto, resultando de ello un producto que ha sufrido el colapso estructural de sus poros internos.

25 En la patente US-A-5,089,279 de Conopco se describe un proceso de sinterización que se lleva a cabo en un contenedor cerrado, para no perder la humedad durante dicha sinterización. Esto es adecuado para la confitería, por ejemplo, porque se obtiene una masa sinterizada.

30 En la patente US-A-4,394,395 de Nestlé se describe un proceso de fabricación de un producto alimentario, en el que se introduce un material en polvo en moldes, se comprime ligeramente y después se calienta para sinterizar el polvo. De ello resulta un producto alimentario moldeado.

35 En la patente US 3,592,659 de General Foods Corporation se describe un método de aglomeración de partículas congeladas, que pueden emplearse para la fabricación de café instantáneo. Sin embargo, se dice que la reconstitución de estos aglomerados genera menos espumas que el café estándar secado por atomización.

40 En la patente US 3,573,060 de Hills Bros. Coffee se describe un extracto de café liofilizado, que es muy poroso y se produce por congelación brusca de las gotitas de extracto de café y después por liofilización de las mismas.

45 En la patente DE 19750679 de Windhab y col. se describe una emulsión de agua en aceite o agua en aceite en agua que se congelan por atomización y se sinterizan con el fin de mejorar su almacenaje a temperaturas bajas.

50 En la patente US 3,670,520 de Bonteil y col. se describe también un proceso de congelación por atomización de productos líquidos, por ejemplo de leche, café, zumos de frutas.

55 En la patente WO 2005/105253 de Agresearch Limited se describe también un proceso de secado, en el que se liofilizan por atomización sustancias líquidas tales como zumos de frutas, productos farmacéuticos, productos medicamentosos nutritivos, té y café.

60 No obstante, en las patentes anteriores no se describe un producto que tenga las características deseadas, requeridas para la espumación al reconstituir con agua.

Además se sabe que la aglomeración realizando un proceso de sinterización provoca el colapso completo o parcial de la microestructura (poros) del producto, dentro de la cual debería retenerse el gas. Este problema tiene que abordarse con el fin de proporcionar una bebida que tenga una superficie superior espumada deseable.

Por lo tanto, la presente invención pretende proporcionar un producto de café, que después de la reconstitución genere una bebida de café con una superficie superior espumada deseable.

Resumen de la invención

Por consiguiente, la presente invención se refiere a un método para la preparación de un polvo de café instantáneo que consta de los pasos siguientes: a) proporcionar un polvo poroso congelado por atomización que tenga una porosidad de partículas de por lo menos el 35%, un volumen de poro de cristal de hielo inferior a 2,5 ml/g y un tamaño de poro de cristal de hielo inferior a 3 micras, y b) sinterizar una capa del polvo base a una temperatura inferior a 0°C forzando el paso del gas a través de la capa, para formar una torta sinterizada y c) liofilizar el polvo sinterizado para obtener dicho producto de bebida instantánea.

Breve descripción de las figuras

- 5 - La figura 1 es la representación de un proceso de producción de partículas congeladas por atomización según la presente invención, en la que 6.1 es normalmente un licor de café, 6.2 representa la inyección de gas, 6.3 es el dispositivo mezclador, 6.4 es un intercambiador de calor, 6.5 es una bomba, 6.6 representa el transporte del licor espumado antes de la atomización y 6.7 representa la cámara de congelación por atomización.
- 10 - La figura 2 es una representación esquemática de un gránulo según la presente invención, que muestra el gránulo (1) provisto de poros cerrados (2), poros abiertos con un diámetro de abertura superior a 2 micras y (3) poros abiertos con un diámetro de abertura inferior a 2 micras (4).
- 15 - La figura 3 es una descripción del equipo empleado para medir el volumen de crema de las muestras, en la que (8.1) es una regla graduada de plástico para leer el volumen de la espuma, (8.2) es un depósito de agua, (8.3) es la tapa del recipiente de reconstitución, (8.4) es una válvula de conexión, (8.5) es el recipiente de reconstitución y (8.6) es la válvula de salida.

Descripción detallada de la invención

- 20 La presente invención se refiere a la fabricación de productos de café instantáneo.
- La presente invención se refiere a productos de café instantáneo que generan una excelente superficie superior espumada (también llamada "crema") después de la reconstitución con un líquido que confiere propiedades organolépticas ventajosas al producto.
- 25 El producto de café instantáneo se presenta en forma de polvo, p. ej. En forma de gránulos. A continuación se emplea el término "gránulo" para indicar un polvo que puede obtenerse por aglomeración de partículas de polvo más pequeñas. Por lo tanto, los gránulos están formados por partículas de polvo constitutivas de menor tamaño. Estas partículas de polvo constitutivas de menor tamaño pueden en parte fusionarse con otras para formar gránulos de mayor tamaño.
- 30 Por lo tanto, la presente invención se refiere a un método para la fabricación de productos de café instantáneo que consiste, en un primer paso, en la aportación de un polvo base poroso. El polvo base poroso es un polvo congelado por atomización.
- 35 La congelación por atomización es una tecnología que se conoce desde hace muchos años. Consiste en pulverizar un líquido, convertirlo en gotitas y al mismo tiempo congelar dichas gotitas.
- En la presente invención, la congelación por atomización puede llevarse a cabo con arreglo al proceso esquematizado en la figura 1. El líquido a congelar por atomización puede ser cualquier líquido apropiado para formar un polvo de café y es con preferencia un extracto de café (6.1). El extracto de café tiene con preferencia un contenido de sólidos superior al 40%, con mayor preferencia superior al 50%. El extracto de café se somete en primer lugar a la adición de un gas (6.2), con preferencia nitrógeno, mediante un dispositivo rociador que distribuye el nitrógeno de modo homogéneo. El gas puede añadirse antes o después de la bomba de alta presión. Se emplea con preferencia el dispositivo mezclador (6.3) con el fin de asegurar la dispersión homogénea de las burbujas de gas. En una forma preferida de ejecución se emplea un intercambiador de calor (6.4) con el fin de enfriar el extracto espumado después de la inyección de gas. La temperatura del extracto debería situarse entre 0 y 60°C, con preferencia entre 0 y 30°C, por ejemplo entre 10 y 25°C o entre 15 y 30°C. A continuación, el extracto espumado se introduce en una bomba de alta presión (6.5) u homogeneizador. De este modo, la presión del extracto puede aumentarse y situarse en el intervalo de 65 a 400 bares, con preferencia de 85 a 350 bares. Después se bombea el extracto espumado (6.6) hacia la parte alta de una torre de congelación por atomización (6.7), en la que se atomiza (se pulveriza) el extracto. Se ha constatado que cuando hay una gran caída de presión a lo largo de la boquilla de atomización, del orden de 150 a 350 bares, con preferencia de 150 a 240 bares, con mayor preferencia de 175 a 205 bares, entonces el gas a presión puede quedar atrapado (ocluido) dentro del polvo congelado por atomización. El proceso de congelación por atomización puede llevarse a cabo mediante el contacto directo o indirecto con fluidos criogénicos, por ejemplo el nitrógeno líquido, el aire frío y el dióxido de carbono líquido.
- 40
- 45
- 50
- 55 Este proceso genera un polvo poroso congelado por atomización que puede emplearse como base para la fabricación de gránulos de café instantáneo según la presente invención.
- 60 El polvo poroso congelado por atomización de la presente invención tiene una porosidad de partículas de por lo menos el 35%, un volumen de poro de cristal de hielo inferior a 2,5 ml/g, con preferencia inferior a 2,0 ml/g y un tamaño de poro de cristal de hielo inferior a 3 micras, con preferencia entre 0,1 y 3 micras. Con preferencia, la porosidad de las partícula se sitúa entre el 35% y el 85%, con mayor preferencia entre el 45% y el 70%.

La porosidad de las partículas puede determinarse por técnicas que los expertos ya conocen, por ejemplo por porosimetría de mercurio, etc. De modo similar, el volumen de poro de cristal de hielo y el tamaño de poro de cristal de hielo puede medirse por porosimetría de mercurio y SEM.

- 5 Con preferencia, el polvo congelado por atomización tiene un diámetro medio de tamaño de poro D_{50} menor que 40 micras, con preferencia menor que 25 micras.

10 La distribución de tamaños de poro del polvo congelado por atomización de la invención puede caracterizarse por un factor de intervalo de distribución inferior a 4, con mayor preferencia inferior a 3, con mayor preferencia todavía inferior a 2, con preferencia especial inferior a 1. El factor de intervalo de distribución se obtiene por tomografía de rayos X. El intervalo de distribución se calcula con la siguiente ecuación:

15
$$\text{intervalo} = \frac{D_{90} - D_{10}}{D_{50}}$$

20 en la que D_{90} , D_{10} y D_{50} representan el tamaño de poro equivalente, de manera que el 90%, el 10% y el 50% de los poros, respectivamente, tienen un tamaño inferior o igual a dicho tamaño. La distribución de tamaños de poro se basa en la distribución de volúmenes vacíos. Por lo tanto, cuanto menor sea el factor de intervalo, tanto más estrecha y homogénea será la distribución de los poros.

25 El polvo poroso congelado por atomización de la invención se caracteriza además por una densidad aparente situada con preferencia entre 150 y 650 g/l. El polvo base poroso congelado por atomización preferido tiene un tamaño de partícula (D_{50}) comprendido entre 50 y 300 micras, con mayor preferencia entre 100 y 200 micras.

30 En una forma de ejecución, el polvo base congelado por atomización contiene gas a presión ocluido (encerrado). El gas ocluido está sometido con preferencia a una presión de por lo menos 2 bares, por ejemplo por lo menos 3 bares o entre 3 y 6 bares. El polvo congelado por atomización contiene con preferencia por lo menos 0,5 ml de gas ocluido por g de polvo, por ejemplo por lo menos 1 ml o entre 1 y 2 ml de gas ocluido por g de polvo.

El polvo base poroso se emplea para un paso posterior de sinterización con arreglo al método de la presente invención. La sinterización se lleva a cabo a una temperatura inferior a 0°C para formar la torta sinterizada.

35 Según una forma de ejecución, el polvo base poroso, que está congelado por atomización, se mantiene a una temperatura inferior a 0°C antes de la sinterización. Se mantiene con preferencia a una temperatura inferior a -15°C, con mayor preferencia inferior a -30°C. La sinterización puede realizarse por cualquier método apropiado ya conocido de la técnica. En una forma de ejecución, se forma una capa del polvo base sobre una cinta transportadora porosa, que circula por la zona de sinterización. De manera ideal se acarrea el polvo base de modo continuo hacia un alimentador o distribuidor, a partir del cual se reparte en forma de capa sobre la cinta transportadora. De este modo, la cinta transportadora acarrea una capa de partículas de polvo base, que están sueltas unas respecto a las otras. La capa puede tener con preferencia un grosor de 5 a 20 mm. Con preferencia no se efectúa ninguna compactación de la capa antes del sinterizado. La capa puede ser continua o puede repartirse en porciones individuales, p. ej. puede mantenerse dentro de moldes o de nichos (cavidades) de la cinta, si se desean obtener tabletas, objetos moldeados o similares.

45 El gas, normalmente aire, se obliga a pasar a través de la capa de polvo base; la velocidad del aire es con preferencia superior a 0,01 m/s, por ejemplo superior a 0,5 m/s, superior a 1 m/s o situarse entre 0,5 y 5 m/s. El aire puede forzarse a pasar a través de la capa por cualquier método apropiado, p. ej. por succión. La sinterización puede tener lugar calentando la capa de polvo mediante el gas que fluye a través de ella o puede calentarse por cualquier otro método adecuado, p. ej. por rayos infrarrojos o de microondas, por convección o por combinación de varios medios de calentamiento. En una forma de ejecución, la temperatura del gas es mayor que la temperatura de la capa de polvo que entra en la zona de sinterizado, la temperatura del gas puede situarse p. ej. entre -25 y -5°C, con preferencia entre -20 y -10°C. El tiempo de residencia en la zona de sinterizado será con preferencia inferior a 10 minutos, p. ej. inferior a 5 minutos. En una forma de ejecución, el tiempo de residencia en la zona de sinterizado se situará entre 20 y 200 segundos. Se ha encontrado que estas condiciones de sinterización son las mejores para preservar la microestructura interna del polvo base poroso y cualquier gas a presión encerrado dentro de dicho polvo.

60 Es preferible controlar la sinterización hasta el punto, en el que las partículas se funden entre sí de modo suficiente para mantener una textura de producto suficientemente firme, pero sin sinterizar en exceso, porque en tal momento la microestructura interna se derrumbaría y se perdería volumen de gas (necesario para la formación de la crema). Cuando las partículas se funden entre sí y se derrumban (colapsan), el volumen de las cavidades entre partículas del producto final (es decir, el espacio vacío entre las partículas individuales del polvo base) empieza a disminuir y puede perderse el gas encerrado, lo cual inhibirá la formación de espuma y la disolución en el producto final.

65

Después de la sinterización, la torta sinterizada puede pasar a través de la zona de enfriamiento. La zona de enfriamiento está a una temperatura inferior a la temperatura de la zona de sinterizado. Normalmente, la zona de enfriamiento está a una temperatura inferior a -10°C, con preferencia inferior a -20°C, con mayor preferencia inferior a -30°C.

5 La torta sinterizada puede molerse para formar gránulos, que tienen normalmente un tamaño superior a 0,5 mm, pero con preferencia inferior a 4 mm.

10 Después de la molienda, los gránulos pueden secarse, p. ej. por un secado con vacío o por liofilización aplicando métodos estándar. El contenido final de humedad de los gránulos se sitúa normalmente entre el 2 y el 8%, por ejemplo entre el 3 y el 4%.

15 En una forma de ejecución de la invención, todos los pasos del método pueden llevarse a cabo en un entorno de cámara fría, de temperatura inferior a 0°C, con preferencia inferior a -15°C, con mayor preferencia inferior a -30°C.

20 Los gránulos finales de café instantáneo pueden tener una textura similar a la del café liofilizado normal. Sin embargo, después de la reconstitución en un líquido, normalmente en agua caliente, los productos presentes generan un mayor volumen de crema. Por ejemplo, 5 g de los gránulos presentes, reconstituídos en 200 ml de agua, pueden proporcionar un volumen de crema por lo menos de 3 ml. La cantidad de crema producida puede medirse con un dispositivo simple (figura 3), que consiste en un recipiente de reconstitución conectado a un depósito de agua, que inicialmente está bloqueado con una válvula. Después de la reconstitución se cierra el recipiente de reconstitución con una tapadera especial, que termina en un capilar graduado. Entonces se abre la válvula entre el recipiente de reconstitución y el depósito de agua y el agua (agua de grifo normal de cualquier temperatura) empuja la bebida reconstituída hacia arriba, hacia el capilar, facilitando de este modo la lectura del volumen de la crema.

25 En una forma de ejecución de la invención, el polvo base poroso a sinterizar contiene gas a presión. Debido a las condiciones de sinterización aplicadas, el gas encerrado queda retenido a presión de manera total o parcial durante la sinterización y el producto sinterizado resultante contiene gas a presión. El gas encerrado está con preferencia a una presión por lo menos de 1 bar, por lo menos de 1,5 bares, o entre 1 y 6 bares. El producto sinterizado con preferencia contiene por lo menos 0,3 ml de gas encerrado por g de polvo, por ejemplo por lo menos de 0,5 ml, o entre 0,3 y 2 ml de gas encerrado por g de polvo.

35 El producto de bebida instantánea que puede obtenerse por el método presente es un producto de café. El producto de café instantáneo puede mezclarse con cualquier otro ingrediente adecuado que pueda incluirse en una bebida, p. ej. un polvo de café de la invención puede mezclarse con un agente generador de crema y/o con un edulcorante para producir una mezcla de café apropiada para preparar p. ej. un café con leche, un cortado o similares.

40 En lo que respecta a la figura 2, puede verse que el producto de la presente invención (1) contiene poros cerrados (2), poros abiertos con un diámetro de abertura inferior a 2 micras (4) y poros abiertos con un diámetro de abertura superior a 2 micras (3). Además, el producto de la presente invención contiene también cavidades de sublimación de hielo, que son el resultado de la liofilización de una torta sinterizada fría.

45 Después de la reconstitución en un líquido, el producto de la invención produce espuma. Los productos de la invención pueden, pues, definirse además por su porosidad de espumación. La porosidad de espumación es una medida de la porosidad que contribuye a la espumación y caracteriza la capacidad potencial de espumación del producto de la invención. Obviamente, los poros abiertos (3) no contribuirán a la espumación de por sí o en algunos casos incluso no contribuirán en absoluto, si se comparan con los poros cerrados (2). Los poros con diámetro de abertura inferior a 2 micras (4) pueden contribuir también a la espuma, porque la presión capilar en estos poros es mayor que la presión ambiente y esto puede permitir la formación de espuma. En la presente invención, la porosidad de espumación se obtiene incluyendo poros cerrados (2) y poros abiertos que tengan un diámetro de abertura inferior a 2 micras (4).

55 Por lo tanto, para el fin de medir la porosidad de espumación se toman en consideración solamente los poros cerrados (2) y los poros abiertos (4) que tengan un diámetro de abertura inferior a 2 micras, ya que se considera que estos contribuyen a la espumación. La porosidad de espumación se obtiene como cociente de dividir el volumen de poros que contribuyen a la espumación por el volumen de los agregados que excluyen el volumen de poros abiertos que tengan un diámetro de abertura superior a 2 micras. Este puede medirse por porosimetría de mercurio o tomografía de rayos X.

60 La porosidad de espumación de los productos sinterizados presentes, de modo similar a los polvos porosos antes de la sinterización, es con preferencia por lo menos del 35%, por ejemplo por lo menos del 40% o por lo menos del 50%. Con preferencia, la porosidad de espumación se sitúa entre el 35 y el 85%, con mayor preferencia entre el 40 y el 80%, con mayor preferencia todavía entre el 40 y el 75%, con mayor preferencia todavía entre el 45 y el 70%, con preferencia especial entre el 45 y el 65%.

65

Por lo tanto es parte de la presente invención un producto sinterizado de bebida instantánea que tengan una porosidad de espumación de por lo menos el 35%, dicho producto contiene cavidades de sublimación de hielo. De modo similar al polvo poroso congelado por atomización, el producto sinterizado tiene con preferencia un volumen de poro de cristal de hielo inferior a 2,5 ml/g, con preferencia inferior a 2,0 ml/g.

5 Las cavidades de sublimación de hielo presentes en el producto sinterizado tienen con preferencia unas dimensiones inferiores a 3 micras, situadas con preferencia entre 0,1 y 3 micras.

10 Según la invención, los productos sinterizados con preferencia tienen un diámetro medio de poro cerrado D_{50} inferior a 80 micras. Con preferencia los poros tienen un diámetro medio D_{50} inferior a 60 micras, con mayor preferencia inferior a 50 micras, con mayor preferencia todavía inferior a 40 micras, con mayor preferencia todavía inferior a 30 micras, con preferencia especial inferior a 25 micras. La distribución de tamaños de poro se basa en la distribución de espacios vacíos.

15 Otra característica de los productos sinterizados de la invención son sus poros abiertos (3). Estos poros abiertos forman los canales de penetración de líquido en los productos de la invención. Cuanto mayor sea el volumen y tamaño de los poros abiertos, tanto mayor será la penetración del líquido y tanto mejor será la disolución. Por lo tanto, los productos de la invención pueden caracterizarse por su "volumen de poro abierto", que proporciona una estimación de la capacidad para disolver el producto de la invención. Con el fin de medir el volumen de poro abierto por gramo de producto se toma en consideración el volumen de los intersticios que tienen un diámetro de abertura comprendido entre 1 y 500 micras. Este puede medirse por porosimetría de mercurio.

20 Los productos sinterizados presentes se caracterizan con preferencia por tener un volumen de poro abierto inferior a 3 ml/g. El volumen de poro abierto se sitúa con preferencia entre 0,5 y 2,5 ml/g, con mayor preferencia entre 0,7 y 2,0 ml/g.

25 En la presente invención se ha encontrado también que otro factor que influye en la disolución y los volúmenes de espuma obtenidos por reconstitución es la distribución de tamaños de los poros, es decir, de las cavidades internas (2) y los poros abiertos que tienen una abertura inferior a 2 micras (4).

30 La distribución de tamaños de poro de los productos sinterizados puede caracterizarse por un factor de intervalo de distribución n , que es con preferencia inferior a 4, con mayor preferencia inferior a 3, con mayor preferencia todavía inferior a 2, con preferencia especial inferior a 1. El factor de intervalo de distribución se obtiene por tomografía de rayos X del modo descrito previamente en relación a los polvos porosos empleados para el proceso de sinterización.

35 El polvo de café sinterizado tiene con preferencia una densidad aparente comprendida entre 100 y 300 g/l.

La presente invención proporciona también un producto sinterizado en frío de café instantáneo que contiene cavidades de sublimación de cristales de hielo repartidas por todo el volumen del producto.

40 Los productos sinterizados presentes pueden distinguirse de los polvos liofilizados convencionales por su distribución de diámetros de poro.

45 Un producto de esta invención puede tener una distribución de tamaños de poro, en la que aparecen dos picos. Los poros de tamaño inferior a 3 micras se forman por sublimación de los cristales de hielo. Los poros con tamaños comprendidos entre 10 y 500 micras se forman durante el proceso de sinterización, debido al empaquetamiento entre partículas o las cavidades vacías entre partículas.

50 Con preferencia especial, el líquido empleado para reconstituir el presente producto de café es agua caliente, pero también puede ser leche, zumos, agua fría, etc., en función de la bebida final que se desee.

Ejemplos

Ejemplo 1

55 Porosimetría de mercurio para evaluar la porosidad de espumación, la porosidad de partículas y el volumen de poro abierto de un polvo sinterizado según la presente invención

60 Se emplea el aparato AutoPore IV 9520 para evaluar la estructura (Micromeritics Inc., Norcross, GA, USA). La presión de operación para la intrusión del Hg se sitúa entre 0,4 psia y 9000 psia (con un puerto de baja presión de 0,4 psia a 40 psia y un puerto de alta presión de 20 a 9000 psia). El diámetro de poro a esta presión se sitúa entre 500 y 0,01 μm . Los datos recogidos en esta nota incluyen los volúmenes de poro (ml/g) para diferentes diámetros de poro (μm).

Se pesan con precisión de 0,1 a 0,4 g de muestra, se introducen y se compactan en un penetrómetro (volumen 3,5 ml, diámetro de cuello o vástago capilar 0,3 mm y volumen de vástago 0,5 ml).

5 Una vez insertado el penetrómetro en el puerto de presión baja, se somete la muestra a un vacío de 1,1 psia/min, después se selecciona la velocidad media de 0,5 psia y la velocidad alta de 900 μm de Hg. El objetivo del vacío son 60 μm de Hg. Una vez alcanzado el objetivo se continúa la evacuación durante 5 min y se llena con Hg.

10 La medición se lleva a cabo con un equilibrado de tiempo establecido (set-time). Es decir, los puntos de presión, en los que se registran los datos y el tiempo transcurrido a dicha presión en el modo de equilibrado de tiempo establecido (10 s). Se recogen aproximadamente 140 datos en los intervalos de presión.

15 El volumen aparente del granulado se obtiene a partir del volumen inicial de mercurio y el soporte de las muestras. El volumen de los poros abiertos que tienen un diámetro de abertura superior a 2 micras (3) se obtiene después de la intrusión con mercurio hasta un diámetro de 2 micras. Por sustracción de este volumen del volumen aparente del granulado se obtiene el nuevo volumen del granulado, que comprende los poros cerrados (2), los poros abiertos con diámetros de abertura inferiores a 2 micras (4) y el volumen de la matriz de café. El volumen de los poros cerrados, los poros abiertos que tienen una abertura superior a 2 micras del granulado se obtiene por sustracción del volumen de la matriz de café del nuevo volumen del granulado. Se obtiene el volumen de la matriz de café a partir del peso de la muestra y de la densidad de la matriz de café. La porosidad de espumación es el cociente de dividir el volumen de poros cerrados y poros abiertos que tienen un diámetro de abertura de inferior a 2 micras por el nuevo volumen del granulado.

20 La porosidad de las partículas del polvo previo (precursor) puede medirse empleando el método descrito en la patente US 60/976,229.

25 El volumen de poros abiertos por gramo de producto en el intervalo 1 de diámetros comprendido entre 1 y 500 micras proporciona el "volumen de poro abierto".

30 Determinación de la estructura interna de las partículas de café por tomografía de rayos X microcomputerizada

Los escaneos de la tomografía de rayos X se efectúan con un aparato 1172 Skyscan MCT (Amberes, Bélgica) con un haz de rayos X de 80 kV y 100 μA . Los escaneos se realizan con el programa informático Skyscan (versión 1.5 (figura o "build" 0) A (cámara Hamamatsu de 10 Mp), la reconstrucción se lleva a cabo con el programa informático Skyscan recon (versión 1.4.4) y el análisis de las imágenes 3D con el programa informático CTAn (versión 1.7.0.3, 64-bits).

35 Para obtener un tamaño de píxel de 1 μm , se ajusta la cámara a 4000 x 2096 píxeles y se colocan las muestras en la posición "far" (lejos). El tiempo de exposición es de 2356 ms. El escaneo tiene lugar a lo largo de 180°, el paso de rotación es de 0,3° y el cálculo del promedio de marco (frame averaging) es de 4.

40 La reconstrucción del conjunto de datos se realiza en más de 800 secciones (slices) en promedio, con un contraste de ajuste de 0-0,25. El alisado (smoothing) y la reducción de artefacto circular se ajustan a 1 y 10, respectivamente.

45 El análisis de las imágenes 3D se lleva a cabo en base a los datos de 1 μm por píxel. El análisis se realiza en dos pasos: un primer paso para seleccionar la región de interés del granulado que se quiere analizar, excluyendo los poros abiertos que tienen un diámetro de abertura superior a 2 micras, el segundo paso para obtener la distribución de la porosidad en la región de interés seleccionada. El valor de la porosidad de espumación obtenido por esta técnica se aproxima en gran manera al valor obtenido por porosimetría de mercurio.

50 Selección del volumen de interés

Se segmentan las imágenes de una resolución de 1 μm por píxel en 30-255, se limpian eliminando cualquier mancha individual menor que 16 píxeles y después se dilatan por morfología matemática (radio de 3 píxeles). La selección del volumen de interés se realiza con la función de empaquetado en caliente (shrink-wrap), y después se erosiona por morfología matemática (radio de 3 píxeles) para ajustarlo a la superficie de las partículas.

Distribución de espacios vacíos en la región de interés

60 Se cargan de nuevo las imágenes y se segmentan en 40-255. Después se calcula la porosidad de espumación como cociente del volumen de poros por el volumen de la región de interés. La separación de las estructuras proporciona la distribución de tamaños de poro.

65 El volumen de poros abiertos por gramo de producto en el intervalo de diámetros inferiores a 3 micras proporciona el volumen abierto por el cristal de hielo. Este se denomina el volumen de poros de cristales de hielo. Puede tomarse también en consideración un intervalo preferido que abarca entre 0,1 y 3 micras.

Volumen de gas del polvo

Se mide el gas cargado por el procedimiento siguiente:

5 Se introduce un gramo en un vial, se sella y a través de un septo se añaden 5 ml de agua. Se punciona el vial debajo de una bureta invertida llena de agua con el fin de determinar el volumen de gas que se libera durante la disolución.

10 Este procedimiento asegura que el gas medido procede únicamente del gas encerrado en el producto por encima de la presión atmosférica. Después se corrigen los valores teniendo en cuenta la presión externa y se normalizan a 1013 hPa. La desviación estándar de 3 réplicas de la medición es de 0,15 ml/g.

Ejemplo 2

15 Producción de polvo base congelado por atomización

1. Se añade gas nitrógeno al licor de café formado por una mezcla del 65% de Arabica y un 35% de Robusta aplicando el método de extracción A, con un contenido de sólidos superior al 52% mediante un dispositivo rociador que distribuye el nitrógeno de modo homogéneo.

20 2. La cantidad de nitrógeno añadido es de 1,65 litros de nitrógeno por kg de café sólido.

25 3. Se pasa la mezcla de gas y extracto por un mezclador de alto cizallamiento para asegurar la dispersión homogénea de las burbujas de nitrógeno así como la reducción del tamaño de dichas burbujas.

4. Se pasa inmediatamente el extracto espumado por un intercambiador de calor para enfriar el extracto hasta aproximadamente 10°C.

30 5. Se introduce el extracto espumado en una bomba de alta presión y se comprime a 200 bares.

6. Se bombea el extracto hasta la parte superior de la torre de congelación por atomización.

35 7. Se atomiza el extracto a 200 bares con una sola boquilla de turbulencia (swirl) de fluidos.

8. Se emplea el polvo base congelado para generar un producto seco congelado de estructura porosa.

9. El polvo base seco produce un volumen de crema de 10,3 ml con una porosidad cerrada del 30%.

40 10. El polvo base seco tiene un tamaño de partícula de 91 micras y una densidad aparente de 536 g/l.

45 11. El polvo base seco tiene una presión de gas interno de 5,1 bares con un volumen de gas de 1,4 ml por gramo de café. El volumen de los poros cerrados dentro del polvo base seco es de 0,28 ml por gramo de café. El tamaño medio de las celdillas de gas es de 8 micras.

12. El volumen de mercurio < 1,5 micras es de 0,213 ml/g.

13. El volumen total de mercurio es de 0,984 ml/g.

50 14. El tamaño de los cristales de hielo se sitúa entre 0,01 micras y 1.00 micras, el tamaño medio de los cristales de hielo es de 0,11 micras.

Ejemplo 3

55 Producción de polvo base congelado por atomización

1. Se añade gas nitrógeno al licor de café formado por una mezcla del 65% de Arabica y un 35% de Robusta aplicando el método de extracción B, con un contenido de sólidos superior al 55% mediante un dispositivo rociador que distribuye el nitrógeno de modo homogéneo.

60 2. La cantidad de nitrógeno añadido es de 1,65 litros de nitrógeno por kg de café sólido.

3. Se pasa la mezcla de gas y extracto por un mezclador de alto cizallamiento para asegurar la dispersión homogénea de las burbujas de nitrógeno así como la reducción del tamaño de dichas burbujas.

65

4. Se pasa inmediatamente el extracto espumado por un intercambiador de calor para enfriar el extracto hasta aproximadamente 20°C.

5. Se introduce el extracto espumado en una bomba de alta presión y se comprime a 185 bares.

6. Se bombea el extracto hasta la parte superior de la torre de congelación por atomización.

7. Se atomiza el extracto a 200 bares con una sola boquilla de turbulencia (swirl) de fluidos.

8. El polvo base seco produce un volumen de crema de 10,4 ml con una porosidad cerrada del 36%.

9. El polvo base seco tiene un tamaño de partícula de 139 micras y una densidad aparente de 521 g/l.

10. El polvo base seco tiene una presión de gas interno de 4,3 bares con un volumen de gas de 1,6 ml por gramo de café. El volumen de los poros cerrados dentro del polvo base seco es de 0,37 ml por gramo de café. El tamaño medio de las celdillas de gas es de 8 micras.

11. El volumen de mercurio < 1,5 micras es de 0,41 ml/g.

12. El volumen total de mercurio es de 1,36 ml/g.

13. El tamaño de los cristales de hielo se sitúa entre 0,01 micras y 1.00 micras, el tamaño medio de los cristales de hielo es de 0,16 micras.

Ejemplo 4

Producción de polvo base congelado por atomización

1. Se añade gas nitrógeno al licor de café formado por una mezcla del 65% de Arabica y un 35% de Robusta aplicando el método de extracción B, con un contenido de sólidos superior al 55% mediante un dispositivo rociador que distribuye el nitrógeno de modo homogéneo.

2. La cantidad de nitrógeno añadido es de 1,43 litros de nitrógeno por kg de café sólido.

3. Se pasa la mezcla de gas y extracto por un mezclador de alto cizallamiento para asegurar la dispersión homogénea de las burbujas de nitrógeno así como la reducción del tamaño de dichas burbujas.

4. Se pasa inmediatamente el extracto espumado por un intercambiador de calor para enfriar el extracto hasta aproximadamente 15°C.

5. Se introduce el extracto espumado en una bomba de alta presión y se comprime a 200 bares.

6. Se bombea el extracto hasta la parte superior de la torre de congelación por atomización.

7. Se atomiza el extracto a 200 bares con una sola boquilla de turbulencia (swirl) de fluidos.

8. El polvo base seco produce un volumen de crema de 8,0 ml con una porosidad cerrada del 33%.

9. El polvo base seco tiene un tamaño de partícula de 116 micras y una densidad aparente de 559 g/l.

10. El polvo base seco tiene una presión de gas interno de 5,1 bares con un volumen de gas de 1,6 ml por gramo de café. El volumen de los poros cerrados dentro del polvo base seco es de 0,32 ml por gramo de café. El tamaño medio de las celdillas de gas es de 8 micras.

11. El volumen de mercurio < 1,5 micras es de 0,26 ml/g.

12. El volumen total de mercurio es de 1,10 ml/g.

Ejemplo 5

Sinterización

1. Se fabrica un producto previo (precursor) mediante congelación por atomización de una mezcla del 65% de Arabica y un 35% de Robusta aplicando el método de extracción A, con un contenido de sólidos del 53% (las propiedades del producto previo se han descrito en la congelación por atomización del ejemplo 1).

ES 2 539 958 T3

2. Se distribuyen el producto previo en una torta empleando algún tipo de alimentador en una superficie plana con un grosor de torta de 5 mm.
- 5 3. Se acarrea la torta de la distribución mediante una cinta transportadora porosa que trabaja en un ambiente de -40°C de temperatura.
4. Se transporta la torta a la zona caliente de sinterizado que tiene una temperatura de aire de $-14,5^{\circ}\text{C}$ y una velocidad de aire de 2,2 m/s durante un tiempo de residencia (permanencia) de 90 segundos.
- 10 5. Después de la sinterización se transporta la torta a la zona de enfriamiento, con lo cual la torta se endurece y se retira de la cinta transportadora.
- 15 6. Después se muele (se texturiza) la torta en un molino para formar una textura de aspecto liofilizado, con un tamaño de partículas comprendido entre 0,6 y 3,2 mm.
7. Todos los pasos anteriores tienen lugar en un ambiente de cámara fría a -40°C .
8. Después del texturizado, se liofiliza el producto congelado molido en una cámara de vacío discontinuo para producir el producto seco final. El producto se seca con un vacío de 0,1 mbares a 20°C durante 24 horas.
- 20 9. El contenido final de humedad del producto seco es del 2,1%.
10. El producto final tiene las propiedades siguientes:
- 25 a. densidad aparente = 219 g/l
b. friabilidad = 48%
c. volumen de crema = 11,0 ml (según el método FMD de 5,0 g/200 ml)
- 30 11. El producto final presenta los siguientes resultados de estructura interna:
- a. porosidad cerrada = 36%
b. volumen de mercurio $< 1,5$ micras = 0,97 ml/g
c. volumen total de mercurio = 1,761 ml/g
35 d. porosidad de espumación = 67%
12. La presión de gas dentro de la estructura de las partículas es de 2,5 bares ó 0,9 ml de gas por gramo de café. El tamaño medio de las celdillas de gas es de 8 micras.
- 40 13. El tamaño de los cristales de hielo de este producto se sitúa entre 0,01 y 1,00 micras. El tamaño medio de poro de hielo es de 0,27 micras.

Ejemplo 6

45 Sinterización

1. Se fabrica un producto previo mediante congelación por atomización de una mezcla del 65% de Arabica y un 35% de Robusta aplicando el método de extracción A, con un contenido de sólidos del 53% (las propiedades del producto previo se han descrito en la congelación por atomización del ejemplo 2).
- 50 2. Se distribuyen el producto previo en una torta empleando algún tipo de alimentador en una superficie plana con un grosor de torta de 10 mm.
3. Se acarrea la torta de la distribución mediante una cinta transportadora porosa que trabaja en un ambiente de -40°C de temperatura.
- 55 4. Se transporta la torta a la zona caliente de sinterizado que tiene una temperatura de aire de -12°C y una velocidad de aire de 1,7 m/s durante un tiempo de residencia de 150 segundos.
- 60 5. Después de la sinterización se transporta la torta a la zona de enfriamiento, con lo cual la torta se endurece y se retira de la cinta transportadora.
6. Después se muele (se texturiza) la torta en un molino para formar una textura de aspecto liofilizado, con un tamaño de partículas comprendido entre 0,6 y 3,2 mm.
- 65

ES 2 539 958 T3

7. Todos los pasos anteriores tienen lugar en un ambiente de cámara fría a -40°C .
8. Después del texturizado, se liofiliza el producto congelado molido en una cámara de vacío discontinuo para producir el producto seco final. El producto se seca con un vacío de 0,1 mbares a 20°C durante 24 horas.
- 5 9. El contenido final de humedad del producto seco es del 1,0%.
10. El producto final tiene las propiedades siguientes:
- 10 a. densidad aparente = 244 g/l
b. friabilidad = 12%
c. volumen de crema = 10,1 ml (según el método FMD de 5,0 g/200 ml)
11. El producto final presenta los siguientes resultados de estructura interna:
- 15 a. porosidad cerrada = 30%
b. volumen de mercurio $< 1,5$ micras = 0,94 ml/g
c. volumen total de mercurio = 1,58 ml/g
d. porosidad de espumación = 65%
- 20 12. El tamaño de los cristales de hielo de este producto se sitúa entre 0,02 y 1,00 micras. El tamaño medio de poro de hielo es de 0,45 micras.

REIVINDICACIONES

1. Método para la preparación de un polvo de café instantáneo que consta de los pasos siguientes:
- 5 a. Proporcionar un polvo poroso congelado por atomización que tiene una porosidad de partículas por lo menos del 35%, un volumen de poro de cristal de hielo inferior a 2,5 ml/g, y un tamaño de poro de cristal de hielo inferior a 3 micras;
- b. Sinterizar una capa del polvo poroso congelado por atomización a una temperatura inferior a 0°C forzando al mismo tiempo al gas a pasar a través de la capa para formar una torta sinterizada;
- 10 c. Liofilizar el polvo sinterizado para obtener dicho producto de bebida instantánea.
2. Método según la reivindicación 1, en el que el producto de café instantáneo se muele después de la sinterización para obtener un polvo de bebida instantánea.
- 15 3. Método según la reivindicación 2, en el que el polvo de café instantáneo se presenta en forma de gránulos.
4. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que se fuerza al gas a pasar a través de una capa con una velocidad por lo menos de 0,01 m/s.
- 20 5. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el polvo poroso congelado por atomización contiene un gas a presión.
6. Método según la reivindicación 5, en el que el polvo poroso congelado por atomización contiene un gas con una presión por lo menos de 2 bares.
- 25 7. Método según la reivindicación 5, en el que el polvo poroso congelado por atomización contiene por lo menos 1 ml de gas encerrado por g de polvo.
8. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el polvo poroso congelado por atomización se mantiene a una temperatura inferior a 0°C antes de la sinterización.
- 30 9. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la sinterización se lleva a cabo sobre una cinta transportadora porosa que acarrea la capa de polvo base.
- 35 10. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la temperatura del gas forzado a pasar a través de la capa se sitúa entre -5°C y -25°C.
- 40 11. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el contenido de humedad del producto de bebida instantánea después de la liofilización se sitúa entre el 0,5 y el 5%.

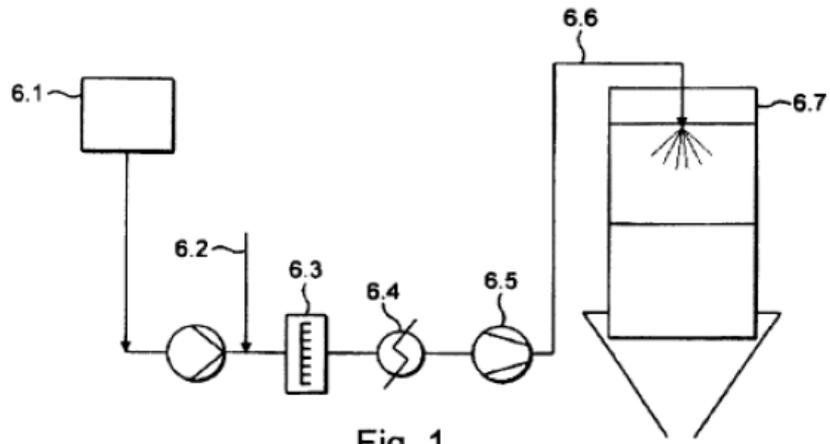


Fig. 1

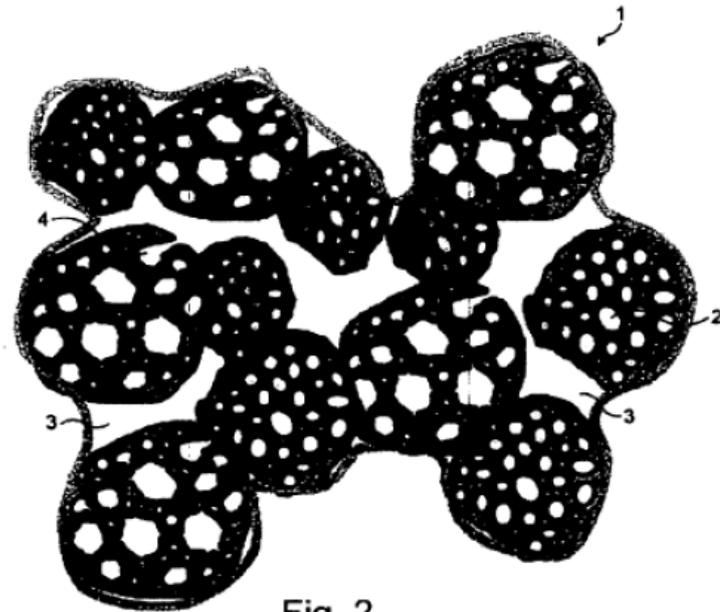


Fig. 2

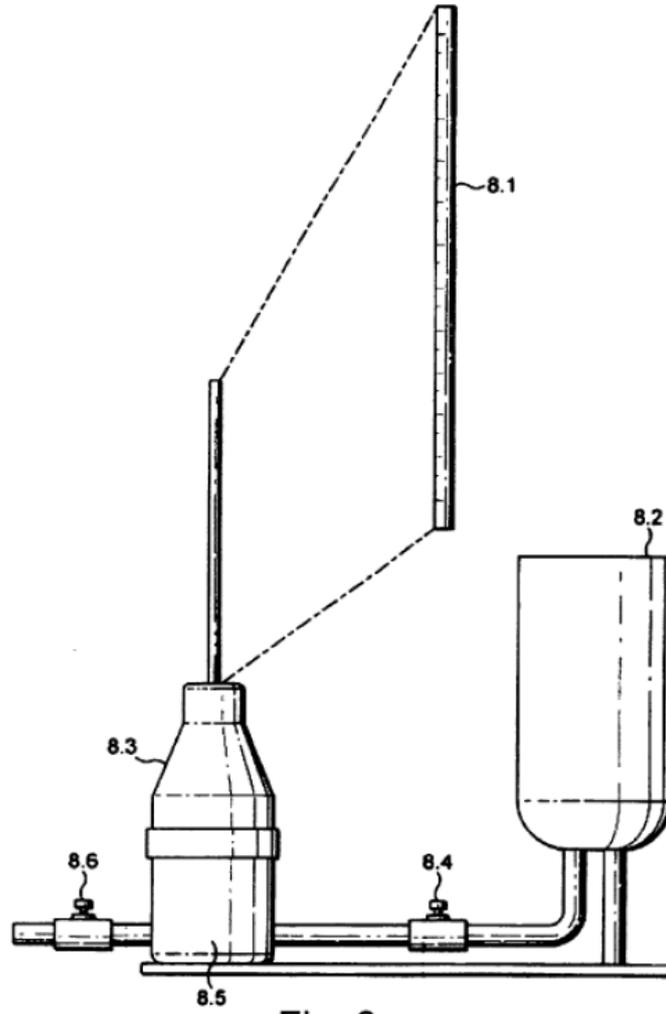


Fig. 3