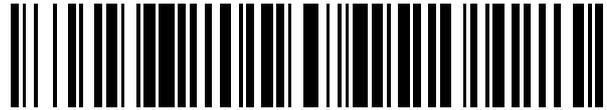


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 557 880**

51 Int. Cl.:

A23L 1/308 (2006.01)
A23F 5/26 (2006.01)
A61K 31/702 (2006.01)
A61P 3/04 (2006.01)
A23L 2/52 (2006.01)
A23L 1/30 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.12.2010 E 10795173 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.10.2015 EP 2512267**

54 Título: **Método de tratamiento de café**

30 Prioridad:

14.12.2009 GB 0921826

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

29.01.2016

73 Titular/es:

**KRAFT FOODS R & D, INC. (100.0%)
Three Parkway North
Deerfield, IL 60015, US**

72 Inventor/es:

**KENNY, FRANCISCO JAVIER SILANES;
FERNANDES, JOSE ARTHUR y
LECLERC, VINCENT**

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 557 880 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

Método de tratamiento de café

5 La presente invención se refiere a un método para producir un oligosacárido de manosa concentrado a partir de un material de café, en particular a partir de un material de residuo de extracción de café. Más concretamente, la invención implica un proceso para tratar un material de residuo de extracción de café hidrolizado para obtener oligosacáridos de manosa.

10 **Antecedentes**

Es conocido el uso de los oligosacáridos de manosa como aditivos alimentarios. Además, se sabe que los oligosacáridos de manosa que presentan un grado de polimerización de 5 a 10 proporcionan beneficios a la salud tales como reducir la grasa corporal, y especialmente la grasa abdominal. Los oligosacáridos de manosa pueden producirse mediante la hidrólisis de material de mananos dado que esta hidrólisis rompe las cadenas de manano de hasta GP40 dando lugar a las cadenas más cortas útiles. Se sabe que el café es un material rico en mananos.

Hay muchas técnicas distintas para hidrolizar mananos. Por ejemplo, la US-2.573.406 describe un proceso para producir un café soluble que implica hidrolizar una parte de café molido en una suspensión de aproximadamente 1% de ácido sulfúrico a 100 °C durante aproximadamente 1 hora, ajustando el pH del hidrolizado, filtrando el hidrolizado, y secando el extracto. En otro ejemplo, se describe un proceso similar en la US-2.687.355, donde se utiliza ácido fosfórico en vez de ácido sulfúrico. En otro proceso más, descrito en la US-3.224.879 se lleva a cabo una hidrólisis ácida o alcalina directamente en el circuito de extracción de café molido que se ha extraído atmosféricamente al menos parcialmente.

25 La hidrólisis térmica también es una técnica bien conocida. Sin embargo, cuando el café se hidroliza térmicamente en condiciones adecuadas para producir un producto rico en MOS, se forman impurezas indeseables que se asocian con el producto. Específicamente, una hidrólisis extensa en un percolador producirá alquitranes y otras impurezas. Estas impurezas dan lugar a notas amargas y desagradables, o a sabores desagradables, en el sabor del producto. Por tanto, aunque el producto rico en MOS producido por hidrólisis térmica puede introducirse en productos de sabor intenso, como las bebidas de café, no es adecuado como aditivo para productos con sabores menos intensos.

Se conoce en la técnica el uso de carbono activado, resinas de adsorción, resinas de intercambio iónico, membranas de intercambio iónico, y combinaciones de las mismas para eliminar algunas impurezas del producto de MOS, si bien estas técnicas llevan mucho tiempo y son costosas. Además, no eliminan completamente los sabores indeseables producidos por la hidrólisis térmica.

Por tanto, se desea un proceso para proporcionar un aditivo rico en MOS de uso en alimentos y bebidas que aborde al menos algunas de las desventajas asociadas con el estado de la técnica o que proporcione un proceso alternativo útil para hacerlo.

40 US-2008/213425 A1 se refiere a composiciones de mano-oligosacáridos y a alimentos y bebidas que contienen mano-oligosacáridos. JP-5 168411 A se refiere a la extracción de un componente de café procedentes de un residuo de extracción de café. WO 2008/011562 A2 se refiere a una composición para tratar la diabetes que comprende oligosacáridos que comprendan manosa como azúcar constituyente. La US-2009/005342 A1 se refiere a una composición que tiene un efecto reductor de la tensión arterial y/o un efecto supresor de su elevación en mamíferos, que comprende, como componente principal, oligosacáridos compuestos de monosacáridos constituyentes que comprenden principalmente manosa en una forma que puede ingerirse por vía oral.

50 Según un primer aspecto, la presente descripción proporciona un proceso para obtener un precipitado procedente del café, teniendo el precipitado más de un 50 por ciento en peso seco de oligosacáridos de manosa con un grado de polimerización (GP) de 1 a 10 (MOS), comprendiendo el método las etapas de:

(i) proporcionar un hidrolizado que contiene MOS derivado de un material de residuo de extracción de café;

55 (ii) poner el hidrolizado que contiene MOS en contacto con un disolvente orgánico para formar una suspensión; y

(iii) recuperación de un precipitado,

60 en donde el disolvente orgánico se añade en una cantidad de al menos un 50% v/v al hidrolizado en forma líquida, y en donde el disolvente orgánico es metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, o una combinación de dos o más de los anteriores.

65 Un producto que comprende el precipitado obtenido por el proceso de la presente descripción es preferiblemente un alimento o una bebida. El proceso descrito en la presente memoria puede utilizarse para reducir y preferiblemente eliminar sabores desagradables de un material de residuo de extracción de café, utilizándose el

material de extracción de café como aditivo en una bebida o alimento. Más particularmente, el proceso descrito en la presente memoria puede utilizarse para proporcionar un precipitado sin sabor para su uso como aditivo en una bebida o alimento. El precipitado obtenido mediante el proceso de la presente descripción puede utilizarse para la fabricación de un medicamento para reducir los niveles de grasa en el organismo.

La presente descripción se completará a continuación con mayor profundidad. En los pasajes siguientes se definen diferentes aspectos de la descripción con más detalle. Cada aspecto así definido se puede combinar con cualquier otro aspecto o aspectos, a menos que se especifique lo contrario. En particular, cualquier característica indicada como preferida o ventajosa puede combinarse con cualquier otra característica o características indicadas como preferidas o ventajosas.

“Manano”, tal como se utiliza en la presente memoria, hace referencia en sentido amplio a cualquier polisacárido que consta de unidades de d-manosa. El monosacárido d-manosa es una aldohexosa e isómero de la d-glucosa, difiriendo únicamente en que tiene la disposición estérica opuesta del grupo hidroxilo más cercano al carbonilo. El manano que se encuentra en el material de residuo de extracción de café puede tener hasta 40 unidades de d-manosa en una cadena de polisacárido, y de forma típica están unidas mediante un enlace beta 1-4 glucosídico, idéntico al encontrado en el polímero celulosa. Dado que el manano del café es esencialmente un polímero lineal con una fuerza de unión similar a la celulosa, es también un polímero difícil de hidrolizar. Sin embargo, en condiciones de reacción específicas, la fracción de manano puede hidrolizarse sin que se afecte a la fracción restante de celulosa.

“Grado de polimerización” o “GP” se refiere al número de unidades de monosacárido que constituye un oligosacárido de manosa dado. Por tanto, un oligosacárido de manosa de GP 4, por ejemplo, consta de 4 unidades de manosa.

“Oligosacárido de manosa”, abreviado MOS, pretende incluir la manosa y sacáridos de manosa hasta la mano-decaosa (GP10). Un oligosacárido de manosa que tenga un GP de 1 es técnicamente un monosacárido pero se cita como oligosacárido dado que las mezclas de oligosacáridos pueden incluir algunas unidades de monosacárido. Los oligosacáridos de manosa incluirán con frecuencia una pluralidad de oligosacáridos con distintos grados de polimerización.

Los MOS pueden producirse mediante hidrólisis del manano. Las fuentes de manano incluyen granos de café crudo, granos de café tostado, posos de café molido. Pueden utilizarse cualesquiera tipos de granos de café procedentes de cualquier fuente. Ejemplos de café que pueden utilizarse incluyen Arabica, Robusta, Liveria y similares. Puede utilizarse un único tipo de café o mezclas de diferentes tipos de café. También pueden utilizarse granos de café de calidad o tamaño inferior, incluyendo aquellos con poco o ningún valor comercial.

Se pretende que el “material de residuo de extracción de café” que va a emplearse para producir el material que contiene MOS, signifique un material de café tostado y molido que ha sido extraído al menos de forma parcial. Un material de residuo de extracción de café se obtiene habitualmente de un sistema comercial de percolación de café. El café que se ha hidrolizado térmicamente de forma parcial para hidrolizar los polisacáridos menos estables como el arabinogalactano es particularmente útil como material de residuo de extracción de café. Los posos de café procedentes de un sistema comercial de percolación es un ejemplo de café que se ha extraído atmosféricamente y en parte hidrolizado térmicamente, de forma que aproximadamente se haya extraído del 35% a 60% del café molido inicial, de forma típica aproximadamente el 50%. Por simplicidad, el “material de residuo de extracción de café” también se cita como “material de café” en la presente memoria.

Un “hidrolizado” es el producto de una etapa de hidrólisis. De este modo, los materiales de café que contienen manano se procesan para producir MOS a partir de la fracción de manano. Es decir, se utiliza un proceso de hidrólisis para hidrolizar manano en un material de café que puede tener un GP de 10 a 40 o superior para formar oligosacáridos con un GP de 1 a 10. La hidrólisis del material de manano puede llevarse a cabo utilizando métodos de hidrólisis que pueden incluir hidrólisis ácida, hidrólisis térmica, hidrólisis enzimática, hidrólisis por fermentación microbiana, y mezclas de los mismos. La hidrólisis térmica es especialmente preferida debido a la simplicidad de las etapas de proceso requeridas y a la velocidad de proceso. Además, a diferencia de la hidrólisis ácida, no son necesarias etapas adicionales como la neutralización.

La hidrólisis enzimática puede realizarse suspendiendo el material de manano en un medio acuoso y añadiendo las enzimas comerciales adecuadas, como por ejemplo, celulasa y hemicelulasa. La hidrólisis enzimática puede llevarse a cabo utilizando las condiciones estándar conocidas por el experto en la técnica.

Para hidrolizar el material de manano también puede utilizarse la fermentación microbiana. El material de manano puede fermentarse con microorganismos que produzcan enzimas capaces de hidrolizar el manano. Pueden utilizarse microorganismos que produzcan enzimas como la celulasa y la hemicelulasa. Un ejemplo de microorganismo adecuado son los basidiomicetos.

La presente descripción produce un precipitado rico en oligosacáridos de manosa (MOS) a partir del café. Por rico en MOS se quiere decir que el precipitado es predominantemente MOS. Es decir, más de 50%, más preferiblemente más de 75% y con máxima preferencia más de 90%. De forma ideal, el precipitado es sustancialmente MOS en su

totalidad. Es decir, más de 95%, más preferiblemente más de 98% y con máxima preferencia todo MOS salvo las impurezas inevitables. Todos los porcentajes son en peso del componente seco en la mezcla.

El proceso de la presente descripción comprende al menos tres etapas. Son:

- (i) proporcionar un hidrolizado que contiene MOS derivado de un material de residuo de extracción de café;
- (ii) poner el hidrolizado que contiene MOS en contacto con un disolvente orgánico para formar una suspensión; y
- (iii) recuperar un precipitado.

Se entenderá que aun cuando estas etapas deben llevarse a cabo necesariamente en un orden secuencial, pueden formar parte de un proceso continuo en el que alguna de las etapas puede producirse simultáneamente o superponerse en alguna medida. El proceso puede llevarse a cabo de forma continua o por lotes.

Los presentes inventores han descubierto que, de forma sorprendente, es posible eliminar los sabores desagradables de un hidrolizado, en particular un hidrolizado térmico, utilizando una técnica de extracción mediante disolventes. Además, esto presenta el doble beneficio de proporcionar un mejor sabor y de dar lugar a una concentración de los MOS más deseables de GP5 a GP10.

El término "disolvente orgánico" tal como se utiliza en la presente memoria incluye cualquier disolvente que contenga carbono. Preferiblemente, el disolvente es sustancialmente polar, es decir, tiene una constante dieléctrica a 25 °C de al menos 15. Preferiblemente, el disolvente está aprobado, y es seguro para consumo humano. El disolvente es metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, o una combinación de dos o más de los mismos. El etanol es

el disolvente más preferido.

El disolvente se añade preferiblemente como exceso para asegurar que se recupera la mayor parte del MOS. La proporción añadida puede medirse en términos del %v/v del disolvente añadido al hidrolizado en forma líquida. El disolvente se añade al menos 50% v/v, más preferiblemente al menos 70% y con máxima preferencia al menos 90%. La Figura 2 muestra ejemplos de cómo varía la tasa de recuperación de acuerdo con la proporción de etanol añadida. Para asegurar unos rendimientos de proceso elevados, es preferible no utilizar más de 99% v/v de disolvente.

El hidrolizado que contiene MOS derivado de un material de café se disuelve preferiblemente al menos parcialmente en agua antes de que entre en contacto con el disolvente orgánico. Preferiblemente, el hidrolizado se disuelve completamente de forma que forme una mezcla y eventualmente un precipitado cuando se mezcle con el disolvente orgánico. Esto impide que impurezas sólidas no deseadas se mezclen con el precipitado, si bien estas pueden pre-sedimentarse o eliminarse mediante cualquier técnica convencional.

La etapa (iii) de recuperación del precipitado puede llevarse a cabo utilizando cualquier técnica convencional para separar sólidos de un líquido. Por ejemplo, mediante evaporación, decantación o filtración, y de forma opcional mediante una etapa de centrifugación, y cualquier combinación de dos o más de las anteriores. Preferiblemente, la técnica conlleva una reducción de la temperatura de la suspensión, dado que esto aumenta la velocidad a la que se forma el precipitado y aumenta la fracción de MOS que precipita. La reducción de la temperatura puede ser como resultado de un enfriamiento natural, especialmente si el hidrolizado que contiene MOS sigue caliente desde una etapa de hidrólisis térmica. De forma alternativa, la mezcla puede calentarse inicialmente para permitir el enfriamiento. El enfriamiento puede ser activo para aumentar la velocidad del proceso y reducir el tiempo empleado para producir el producto. Las técnicas de enfriamiento activo son bien conocidas en la técnica.

Los inventores han descubierto que el presente proceso aumenta de forma ventajosa la proporción de MOS de GP5-GP10 frente a MOS de GP1-GP10 en el precipitado con respecto a la proporción de MOS de GP5-GP10 frente a MOS de GP1-GP10 en el hidrolizado que contiene MOS. Preferiblemente, el aumento es de al menos 50%, más preferiblemente al menos 100% y con máxima preferencia al menos 200%. Sin pretender imponer ninguna teoría, esto puede ser debido a que los oligosacáridos de manosa de cadena más corta que presentan mayor solubilidad en agua que los oligosacáridos de cadena más larga, permanecen en cualquier fracción acuosa presente en la suspensión. Dado que siguen disueltos de este modo, no forman parte del precipitado retenido.

El precipitado obtenido en el método de la presente descripción puede seguir estando mojado o húmedo tras la recuperación de la suspensión. Por tanto, puede incluirse una etapa de secado adicional. Las etapas de secado son bien conocidas en la técnica y puede realizarse cualquier etapa de secado adecuada. Los procesos especialmente adecuados se llevan a cabo bajo una presión reducida. Los procesos de secado incluyen, aunque no de forma limitativa, el secado por pulverización y la liofilización.

Puede utilizarse una etapa adicional de purificación que implique el uso con carbono activo, resinas de adsorción, resinas de intercambio iónico, membranas de intercambio iónico, y combinaciones de las mismas. La desalación y la desacidificación pueden llevarse a cabo utilizando resinas de intercambio iónico y/o membranas de intercambio iónico. También pueden utilizarse combinaciones de estos métodos. Puede llevarse a cabo una purificación adicional a niveles de dosificación más altos o cuando el hidrolizado vaya a utilizarse en determinados tipos de alimentos o bebidas.

Los sólidos solubles obtenidos como precipitado según el presente proceso pueden utilizarse como aditivo para alimentos o bebidas, por ejemplo, en el café. Además, en vista de los beneficios para la salud comunicados para los MOS de GP5-GP10, el precipitado puede incluirse en productos tales como los aditivos favorecedores de la salud. Concretamente, el precipitado que puede obtenerse mediante el proceso de la presente descripción, puede utilizarse para la fabricación de un medicamento para reducir los niveles de grasa en el organismo. El medicamento puede tener forma de un alimento o bebida. Los alimentos adecuados incluyen productos lácteos, productos horneados y comidas preparadas, así como bebidas pre-elaboradas o en composiciones para preparar bebidas instantáneas. Preferiblemente, el alimento o bebida no es un alimento o bebida con sabor a café.

Se prefiere que el hidrolizado que contiene MOS se prepare en un proceso de hidrólisis de un material de café, tal como café tostado y molido parcialmente extraído, en una etapa de hidrólisis térmica. Esto puede llevarse a cabo en un reactor mediante un proceso de tiempo corto y temperatura elevada, preferiblemente sin la introducción de un catalizador ácido añadido. Si se añade un catalizador ácido, esto complica el proceso, pudiendo requerir el producto una neutralización adicional. Un reactor tubular de flujo de pistón es conveniente, si bien será suficiente cualquier reactor que proporcione una temperatura relativamente alta y un tiempo de reacción corto. La relación tiempo/temperatura se elige para provocar la solubilización y posteriormente la hidrólisis de los oligómeros nativos de manano de un rango de aproximadamente GP 10 a GP 40 a un rango de aproximadamente GP 1 a GP 10.

El material de café se somete a una temperatura de aproximadamente 150 °C a 300 °C, preferiblemente de 200 °C a aproximadamente 260 °C, durante un periodo de tiempo que va de aproximadamente 1 minuto a aproximadamente 15 minutos en un reactor, para hidrolizar la fracción de manano hasta el rango de aproximadamente GP 1 a GP 10. Tras la hidrólisis, el hidrolizado soluble que contiene MOS puede retirarse de las impurezas sólidas restantes del material de café.

Preferiblemente, el material de café está al menos parcialmente hidratado en un líquido, de forma típica agua, antes de que se lleve a un reactor, preferiblemente un reactor de flujo de pistón. Esto facilita el manejo del material dado que forma una suspensión acuosa. El material de café hidratado debe ser uniforme, es decir, debe estar distribuido de modo uniforme. Si se elabora previamente en un lote, deben tomarse medidas para asegurar la uniformidad, como la recirculación por medio de una bomba de suspensión acuosa. Si la reacción de hidrólisis va a producirse dentro de un reactor de flujo de pistón, es preferible utilizar una suspensión acuosa, que deberá estar entre 5% y 25% en peso, con máxima preferencia entre 10% y 20% en peso, del material de café seco. Cuando se utiliza el reactor de flujo de pistón, si la concentración de la suspensión acuosa supera el 25% en peso, la suspensión acuosa se vuelve demasiado espesa para asegurar un flujo correcto. En caso de utilizar un reactor distinto, como una extrusora, en general no es necesario preparar una suspensión acuosa. Por ejemplo, los posos de café procedentes de un sistema de percolación convencional, que contiene de forma típica entre aproximadamente 65% y 80% en peso líquido, pueden verterse directamente a dicha extrusora sin dilución adicional. También pueden utilizarse posos de café que contienen de aproximadamente 40% a 65% en peso líquido. Dichos posos pueden haberse deshidratado parcialmente mediante prensa de tornillo, secado por aire u otros métodos conocidos en la técnica.

Los reactores continuos adecuados incluyen aquellos capaces de promover una temperatura relativamente alta, reacciones de tiempo corto, tales como extrusoras de tornillo único o doble o reactores tubulares de flujo de pistón. Un reactor discontinuo adecuado es lo que se denomina un recipiente de confinamiento de la presión, por ejemplo un autoclave, o un depósito de inercia en donde el material de residuo de extracción de café se sitúa en el recipiente del reactor que seguidamente se presuriza y calienta, como con vapor. La presión se libera de forma súbita y explosiva, descargando el contenido del recipiente del reactor. Los sólidos solubles se lixivian seguidamente con agua del material descargado de este modo de dicho recipiente de reactor. Los reactores tubulares de flujo de pistón son especialmente convenientes. Un reactor tubular de flujo de pistón es en esencia un tramo cilíndrico de tubería en el que puede producirse una reacción. Se sitúa un orificio u otro dispositivo adecuado en el extremo de descarga del reactor para controlar la presión en el reactor, así como la velocidad de descarga desde dicho reactor. "Flujo de pistón" se refiere al perfil de velocidad de la suspensión acuosa que fluye a través del reactor. Normalmente, un fluido muestra un perfil parabólico de velocidad en el que el fluido en el centro del conducto tiene una velocidad más alta que el fluido que fluye más cerca de la pared. En un reactor de flujo de pistón ideal, el perfil de velocidad es plano, resultante de la geometría del recipiente y de la naturaleza del fluido, asegurando por tanto las mismas condiciones de alta temperatura y tiempo corto de reacción para todo el material en el reactor, minimizando las variaciones de tiempo de residencia.

La elevada temperatura se alcanza en el reactor mediante una de diversas formas. Por ejemplo, la suspensión acuosa puede hacerse pasar a través de un intercambiador de calor como parte de, o separado de, la cámara del reactor. La temperatura puede mantenerse posteriormente simplemente aislando el reactor. De forma alternativa, puede inyectarse vapor de alta presión directamente al reactor como medio de elevación de la temperatura. Si bien el vapor puede diluir algo la suspensión acuosa, dicho calentamiento es extremadamente rápido, permitiendo tiempos de reacción cortos. La

selección del método de calefacción preferido, así como el dimensionamiento del diámetro del reactor y orificio están dentro de la capacidad de un experto en la técnica, basada en principios de diseño estándar.

5 Las condiciones de tiempo y temperatura mantenidas dentro del reactor son, por supuesto, críticas para asegurarse de que se produzca la hidrólisis del manano. Se sabe que unas temperaturas y presiones excesivas aumentan la presencia de alquitranes y malos sabores. Sin embargo, el proceso de tratamiento de la presente descripción permite que éstas se eliminen con mayor facilidad. Esto significa que pueden utilizarse temperaturas y presiones más elevadas de las que se emplean de modo convencional.

10 Se ha encontrado que la temperatura de reacción debería estar entre aproximadamente 150 °C y 300 °C, preferiblemente de aproximadamente 200 °C a aproximadamente 260 °C y con máxima preferencia de aproximadamente 210 °C a 240 °C, para solubilizar e hidrolizar la fracción de manano hasta el rango deseado. Se elimina al menos el 50% de la fracción de manano del residuo de café, preferiblemente el 75% y más preferiblemente el 90%. Dichas temperaturas se combinan preferiblemente con una presión en el reactor de entre presión atmosférica a 10,1 MPa (100 atmósferas) y más preferiblemente entre aproximadamente 2,0 MPa y aproximadamente 4,0 MPa (aproximadamente 20 atmósferas y aproximadamente 40 atmósferas). Esto ayuda a incrementar el rendimiento.

15 Se ha determinado que el tiempo de reacción deseado está entre aproximadamente 1 minuto y aproximadamente 15 minutos, preferiblemente de aproximadamente 2 a aproximadamente 8 minutos, para llevar a cabo dicha hidrólisis.

20 El manano se solubilizará e hidrolizará a cualquier temperatura dada dentro del rango de temperaturas del presente proceso de la invención. Los rendimientos aumentarán con el tiempo de residencia hasta un máximo, reduciéndose el rendimiento a partir de ese momento a medida que los oligómeros se degradan para producir compuestos volátiles o insolubles, es decir, alquitranes o residuos. La cinética de la presente reacción generalmente se doblará con cada aumento de 10 °C en la temperatura. En el rango de temperatura superior, los tiempos de residencia deben caer dentro del extremo inferior del intervalo temporal especificado; y en sentido contrario, en el rango de temperatura inferior, el tiempo de residencia debe caer dentro del extremo superior del intervalo de tiempo.

25 La suspensión acuosa se saca preferiblemente del horno rápidamente para reducir la presión a la que se somete la suspensión acuosa a aproximadamente la presión atmosférica. Dicha reducción rápida de presión causa la expansión y un enfriamiento evaporativo de la suspensión acuosa, "enfriando" o deteniendo inmediatamente la hidrólisis y las reacciones de tueste. Enfriando de este modo la reacción, es posible controlar el tiempo de reacción de hidrólisis dentro del periodo prescrito de 1 a 15 minutos con gran fiabilidad.

30 La separación puede hacerse mediante cualquier método de separación sólido-líquido conocido en la técnica. Por ejemplo, dicha suspensión acuosa puede filtrarse para eliminar el café tostado y molido hidrolizado parcialmente extraído de la misma. De forma alternativa, la suspensión acuosa puede separarse centrifugando la suspensión acuosa, como en una centrífuga de cesto. El hidrolizado que contiene MOS utilizado en la presente descripción se forma preferiblemente a partir de los elementos solubles de la suspensión acuosa, dado que estos contienen la mayor parte de los oligosacáridos de manosa.

35 La descripción se ilustra adicionalmente en los ejemplos que siguen y con referencia a las siguientes figuras:

40 La Figura 1 es un diagrama de flujo que muestra las etapas que pueden llevarse a cabo en el proceso de la presente descripción.

45 La Figura 2 muestra cómo varía el porcentaje en peso de la manosa recuperada (en % del contenido inicial) a partir de un hidrolizado derivado de un material de café, según la cantidad de etanol añadida (%v/v).

50 La Figura 3 muestra las fracciones relativas de GP presentes en un hidrolizado no procesado en g/100 g (gris claro) comparado con un precipitado formado por un proceso según la presente descripción en g/100 g a 80% v/v de etanol (negro).

55 Ejemplos

Una cantidad de material de residuo de extracción de café se mezcló con agua para formar una suspensión acuosa (10% en peso de sólidos) y se llevó a un reactor de flujo de pistón. La suspensión acuosa se calentó a 230 °C durante 6 minutos. Tras esta etapa térmica de hidrólisis, se extrajeron los sólidos (mediante centrifugación) de la suspensión acuosa y se descartaron para dejar un hidrolizado líquido 1 (véase el diagrama de flujos de la Figura 1).

60 El hidrolizado líquido 1 se mezcló seguidamente en una etapa 3 de mezcla con etanol suficiente (calidad alimentaria) para formar una solución etanólica 5% al 80% v/v. La etapa 3 de mezcla se llevó a cabo en una corriente continua de hidrolizado líquido 1 procedente del reactor de flujo de pistón.

La solución etanólica 5 se dejó enfriar para favorecer la precipitación de la fracción de MOS. Tras la precipitación, la suspensión se centrifugó en una etapa 7 de separación. La etapa 7 de separación produjo un sobrenadante 9 que se descartó y un precipitado 11.

5 El precipitado 11 se volvió a disolver posteriormente en una cantidad mínima de agua y se liofilizó en una etapa 13 de terminación. Esto produjo un extracto enriquecido en MOS desaromatizado 15. Se encontró que el extracto 15 era sustancialmente insípido.

El extracto 15 y el hidrolizado 1 se analizaron utilizando los siguientes métodos analíticos:

10 ■ El análisis de carbohidratos se llevó a cabo utilizando un sistema de intercambio aniónico tras hidrólisis ácida con ácido sulfúrico y mediante detección amperométrica.

15 ■ El análisis del grado de polimerización (GP) se llevó a cabo utilizando un sistema de electroforesis capilar acoplado con un Detector de Conjunto de Diodos (DAD).

En la Figura 2 se muestran los resultados de recuperación de manosa para la precipitación de hidrolizado a distintos niveles de adición de etanol. Puede observarse que a medida que aumenta el contenido de etanol, aumenta la recuperación.

20 En la Figura 3 se muestra la distribución de GP para el hidrolizado 1 y para el extracto de precipitado 15. Para el extracto de precipitado 15, la mayor parte de la manosa recuperada estuvo entre GP 5-8 (véase la Tabla 1 que sigue). El grado de concentración de GP 5 a 8 en el extracto precipitado 15 fue de aproximadamente 200% del hidrolizado 1. El extracto precipitado 15 estaba libre de los sabores desagradables iniciales, que se eliminaron durante el proceso.

25 Tabla 1

Suma hidrolizado GP5-GP8	36,35
Suma precipitado hidrolizado GP5-GP8	74,96
Aumento de porcentaje (hidrolizado/precipitado)	206%

- Valores GP5-GP8 expresados como porcentaje.

30 El precipitado recuperado en el ejemplo anterior se introdujo seguidamente en un producto de bebida de café y se sometió a pruebas de consumidores. El objetivo de las pruebas fue confirmar que la precipitación con etanol podía reducir significativamente la percepción de acidez y de amargor en el café.

35 Se presentaron simultáneamente 2 tazas de café a evaluadores en tazas de papel blanco, bajo luz roja (para limitar el sesgo de la apariencia). Los degustadores probaron cada taza en cabinas individuales y rodearon con un círculo la que era más ácida y luego la más amarga (las muestras pueden probarse una segunda vez). Participaron 35 personas semientrenadas.

40 Comparado con una taza convencional de café, 31 degustadores seleccionaron la taza de café que contenía el precipitado de la presente descripción como menos ácida y 28 la encontraron menos amarga. Por tanto, la muestra obtenida mediante precipitación con etanol puede considerarse significativamente menos ácida y menos amarga con un intervalo de confianza del 95%.

45 La descripción detallada anterior se ha proporcionado a modo de explicación e ilustración.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un proceso para obtener un precipitado procedente del café, teniendo el precipitado más de un 50 por ciento en peso seco de oligosacáridos de manosa con un grado de polimerización (GP) de 1 a 10 (MOS), comprendiendo el método las etapas de:
 - (i) proporcionar un hidrolizado que contiene MOS derivado de un material de residuo de extracción de café;
 - 10 (ii) poner el hidrolizado que contiene MOS en contacto con un disolvente orgánico para formar una suspensión; y
 - (iii) recuperar un precipitado,
- 15 en donde el disolvente orgánico se añade en una cantidad de al menos un 50% v/v al hidrolizado en forma líquida, y en donde el disolvente orgánico es metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, o una combinación de dos o más de los mismos.
- 20 2. Un proceso según la reivindicación 1, en donde el hidrolizado que contiene MOS derivado de un material de café se disuelve al menos parcialmente en agua antes de la etapa (ii).
3. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la etapa (iii) conlleva una reducción en la temperatura de la suspensión y la separación del precipitado de la suspensión.
- 25 4. Un proceso según la reivindicación 3, en donde la separación del precipitado de la suspensión se lleva a cabo mediante evaporación, decantación o filtración, e incluye de forma opcional una etapa inicial de centrifugación.
5. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la proporción de MOS con un grado de polimerización (GP) de 5-10 respecto a la proporción de MOS con un GP de 1-10 en el precipitado es al menos un 50% mayor que la proporción de MOS de GP5-GP10 respecto a MOS de GP1-GP10 en el hidrolizado que contiene MOS.
- 30 6. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el hidrolizado que contiene MOS se prepara mediante las etapas de:
 - 35 (a) proporcionar un material de residuo de extracción de café; e
 - (b) hidrolizar térmicamente el material de café para formar un hidrolizado que contiene MOS.
- 40 7. Un proceso según la reivindicación 6, en donde la etapa de hidrolizar térmicamente el material de café se lleva a cabo en una o más de las siguientes condiciones:
 - 45 (1) a una temperatura de 150 °C a 300 °C;
 - (2) sin la adición de un catalizador ácido; y/o
 - (3) bajo una presión de presión atmosférica a 10,1 MPa (100 atmósferas).
- 50 8. Un proceso según la reivindicación 7, en donde la reacción se lleva a cabo a
 - (i) una temperatura de 200 °C a 260 °C; y/o
 - (ii) una presión de 2 a 4 MPa (20 a 40 atmósferas).
- 55 9. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el proceso comprende además la etapa de:
 - (iv) secado del precipitado.
- 60 10. Un proceso según la reivindicación 9, en donde la etapa de secado se lleva a cabo bajo una presión reducida.
11. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el proceso comprende además la etapa de incluir el precipitado como aditivo en una bebida o alimento.

Figura 1:

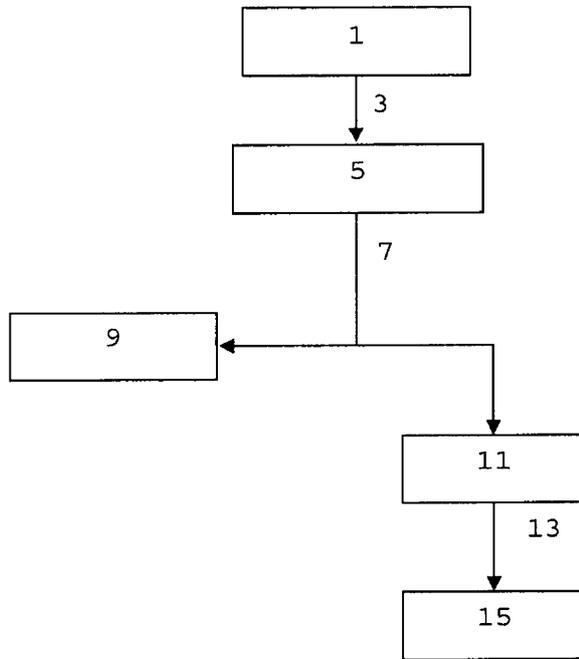


Figura 2:

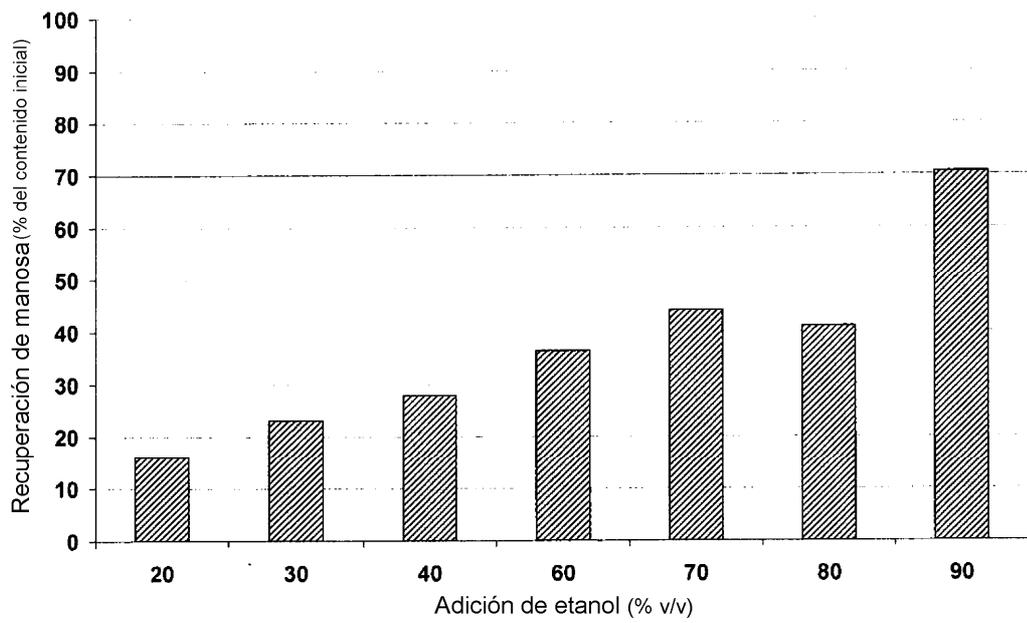


Figura 3:

