

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 600 207**

51 Int. Cl.:

A23P 30/40 (2006.01)

A23C 11/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.11.2007 PCT/US2007/085519**

87 Fecha y número de publicación internacional: **10.07.2008 WO08082817**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.11.2007 E 07864783 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.08.2016 EP 2099311**

54 Título: **Composiciones espumantes y métodos para prepararlas**

30 Prioridad:

29.12.2006 US 882738 P

21.11.2007 US 943758

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

07.02.2017

73 Titular/es:

KONINKLIJKE DOUWE EGBERTS B.V. (100.0%)

Vleutensevaart 35

3532 AD Utrecht, NL

72 Inventor/es:

ZELLER, BARY LYN;

IMISON, THOMAS PHILLIP;

CERIALI, STEFANO y

OXFORD, PHILLIP JAMES

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 600 207 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

Composiciones espumantes y métodos para prepararlas

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a composiciones espumantes, y, en particular, a composiciones espumantes solubles que comprenden un fluido supercrítico atrapado, y métodos para prepararlas.

10 **Antecedentes de la invención**

Diversos productos alimenticios preparados convencionalmente, por ejemplo, capuchino, batidos de leche, y ciertas sopas, deseablemente incluyen burbujas o espuma. Con el fin de acomodar una demanda creciente a la conveniencia del consumidor que prepara alternativas de alimentos instantáneos, los fabricantes han desarrollado una variedad de productos alimenticios instantáneos que proporcionan a los consumidores los productos alimenticios que desean a partir de un producto alimenticio instantáneo conveniente que tiene las mismas o similares características que los productos alimenticios preparados convencionalmente. Un reto para los fabricantes es cómo producir un producto alimenticio instantáneo que tenga burbujas o espuma deseables.

20 Una técnica utilizada para la fabricación de un producto alimenticio instantáneo con espuma es a través del uso de composiciones espumantes en polvo que producen espuma tras la reconstitución en un líquido. Se han utilizado composiciones espumantes en polvo para conferir textura de burbujas o de espuma a una amplia variedad de alimentos y bebidas. Por ejemplo, se han utilizado composiciones espumantes para conferir textura de burbujas o de espuma a capuchino y otras mezclas de café instantáneos, mezclas de bebidas refrescantes instantáneas, mezclas para sopas instantáneas, mezclas de batidos de leche instantáneas, coberturas para postres instantáneas, salsas instantáneas, cereales calientes o fríos, y similares, cuando se combinan con agua, leche, u otro líquido adecuado.

Algunos ejemplos de sustitutivos lácteos espumantes inyectados con gas que pueden ser utilizados para conferir la espuma o burbujas se describen en las Patentes de Estados Unidos Núm. 4.438.147 y en el documento EP 0 458 310. Más recientemente, la Patente de Estados Unidos Núm. 6.129.943 describe un sustitutivo lácteo espumante producido por la combinación de un carbohidrato gasificado con proteínas y lípidos. Utilizando esta tecnología, fue posible eliminar la inyección de gas de la composición de sustitutivo lácteo líquido antes del secado por pulverización.

35 El documento EP 0 813 815 B1 describe una composición de sustitutivo lácteo espumante que es o bien un sustitutivo lácteo espumante con gas inyectado o bien un sustitutivo lácteo que contiene ingredientes de carbonatación químicos que contiene más de 20% en peso de proteína. El polvo descrito tiene, como ingredientes esenciales, proteínas, lípidos y material de carga, siendo la carga especialmente un carbohidrato soluble en agua. Se necesita el alto contenido de proteínas para obtener una espuma compacta de tipo crema batida, que se pueda tomar con cuchara.

Otra composición espumante se describe en la Patente de Estados Unidos Núm. 6.713.113 que describe un ingrediente espumante soluble en polvo que comprende una matriz que contiene carbohidratos, proteína, y gas a presión atrapado. Sin embargo, los ingredientes en polvo que contienen tanto carbohidratos como proteínas son susceptibles de reacciones de pardeamiento no oxidativas que pueden afectar negativamente a la apariencia, el sabor, y la vida útil de los productos alimenticios envasados. Estas reacciones químicas complejas se producen entre las proteínas y los carbohidratos, especialmente azúcares reductores, para formar pigmentos poliméricos que pueden producir decoloración severa y disminución de la calidad del sabor de los productos alimenticios. Las Publicaciones de las Solicitudes de Patente de Estados Unidos Núm. 2006/0040033 y 2006/0040034 describen composiciones espumantes no carbohidratas y composiciones espumantes no proteicas, respectivamente, que proporcionan resistencia al pardeamiento no deseado y problemas de calidad del sabor.

Las desventajas de las composiciones espumantes existentes y los métodos de fabricación de las mismas incluyen los tiempos de elaboración relativamente largos requeridos para introducir el gas en la estructura de la composición espumante y los altos costes de la materia prima que resultan del gas y otros materiales perdidos. Por lo tanto, sigue existiendo una necesidad de composiciones espumantes para uso en productos alimenticios y de bebidas instantáneos que exhiban características de formación de espuma deseables después de su reconstitución y que puedan prepararse por medio de métodos que reduzcan deseablemente los tiempos de elaboración y los costes de las materias primas. La presente invención proporciona estos y otros beneficios, como resultará evidente a partir la siguiente descripción de las realizaciones de la presente invención.

Compendio de la invención

Por lo tanto, en un aspecto, la presente invención proporciona un método para preparar una composición espumante

que comprende poner en contacto un flujo continuo de un fluido supercrítico con un ingrediente particulado que tiene una temperatura de transición vítrea por encima de la temperatura ambiente a una temperatura superior a la temperatura de transición vítrea del ingrediente concreto, en donde el fluido supercrítico es dióxido de carbono, óxido nitroso, o un hidrocarburo halogenado, en donde el fluido supercrítico tiene una temperatura crítica de al menos 10°C y en donde el ingrediente particulado comprende una pluralidad de espacios internos, albergando el ingrediente particulado a la temperatura por encima de la temperatura de transición vítrea del ingrediente particulado durante un período de tiempo eficaz para permitir la transferencia del fluido supercrítico a la pluralidad de espacios internos del ingrediente particulado, reduciendo la temperatura por debajo de la temperatura de transición vítrea del ingrediente particulado, atrapando de ese modo al menos una parte del fluido supercrítico en la pluralidad de espacios internos del ingrediente particulado; y reduciendo adicionalmente la temperatura por debajo de la temperatura crítica de tal manera que los fluidos supercríticos atrapados formen una mezcla de gas y gas licuado en la pluralidad de espacios internos del ingrediente particulado.

Una composición espumante que comprende un ingrediente particulado que tiene una temperatura de transición vítrea por encima de la temperatura ambiente y que tiene una pluralidad de espacios internos que contienen una mezcla de gas y el gas licuado de un fluido supercrítico, en donde el fluido supercrítico es dióxido de carbono, óxido nitroso, o un hidrocarburo halogenado, en donde el fluido supercrítico tiene una temperatura crítica de al menos 10°C y en donde el ingrediente particulado comprende una pluralidad de espacios internos, el gas y el gas licuado que están atrapados en los espacios internos.

Breve descripción de los dibujos

La FIG. 1 es un diagrama de flujo de acuerdo con un aspecto de la invención;

La FIG. 2 es un perfil de tiempo-temperatura-presión representativo compilado a partir de los datos experimentales obtenidos en el Ejemplo 1; y

La FIG. 3 es un gráfico que muestra el estado fluido y la densidad de fluido de dióxido de carbono como una función de la temperatura a una presión manométrica constante de 100 bares.

Descripción detallada

La presente invención proporciona composiciones que contienen fluidos supercríticos atrapados y métodos para prepararlas para su uso en productos alimenticios y bebidas, incluyendo, por ejemplo, capuchino y otras mezclas de café instantáneas, mezclas de bebidas refrescantes instantáneas, mezclas de sopa instantáneas, mezclas de batidos de leche instantáneas, coberturas de postres instantáneas, salsas instantáneas, cereales calientes o fríos, y similares. La composición espumante se prepara atrapando un fluido supercrítico dentro de la estructura de poros de un ingrediente particulado poroso. Según se utiliza en la presente memoria, "estructura de poros" se refiere a una pluralidad de espacios internos del ingrediente particulado, y "espacios internos" se refiere a los huecos internos sellados, también conocidos como poros cerrados, del ingrediente particulado que no están abiertos a la atmósfera circundante. Una descripción más detallada de los espacios internos, el método utilizado para medir el volumen de los espacios internos, y los intervalos de volumen de los espacios internos adecuados para su uso con esta invención se proporcionan en las Publicaciones de Patente de Estados Unidos Núm. 2006/0040033, 2006/0040034 y 2006/0040038.

De acuerdo con un aspecto de la invención, se proporciona un método para preparar una composición espumante que comprende poner en contacto un fluido supercrítico que tiene una temperatura crítica de al menos aproximadamente 10°C con un ingrediente particulado que tiene una temperatura de transición vítrea por encima de la temperatura ambiente a una temperatura por encima de la temperatura de transición vítrea del ingrediente particulado, en donde el ingrediente particulado comprende una pluralidad de espacios internos; albergando el ingrediente particulado a la temperatura por encima de la temperatura de transición vítrea del ingrediente particulado durante un período de tiempo eficaz para transferir al menos una porción del fluido supercrítico a la pluralidad de espacios internos del ingrediente particulado; y reduciendo la temperatura por debajo de la temperatura de transición vítrea del ingrediente particulado, atrapando de ese modo al menos una parte del fluido supercrítico en la pluralidad de espacios internos del ingrediente particulado.

De acuerdo con otro aspecto de la invención, se proporciona una composición espumante que comprende un ingrediente particulado que tiene una pluralidad de espacios internos que contienen un fluido supercrítico atrapado que tiene una temperatura crítica de al menos aproximadamente 10°C.

De acuerdo con otro aspecto más de la invención, se prepara una composición espumante mediante un método que comprende poner en contacto un fluido supercrítico que tiene una temperatura crítica de al menos aproximadamente 10°C con un ingrediente particulado que tiene una temperatura de transición vítrea por encima de la temperatura ambiente a una temperatura por encima de la temperatura de transición vítrea del ingrediente particulado, en donde el ingrediente particulado comprende una pluralidad de espacios internos; albergando el ingrediente particulado a la temperatura por encima de la temperatura de transición vítrea del ingrediente particulado durante un período de

tiempo eficaz para permitir la transferencia del fluido supercrítico a la pluralidad de espacios internos del ingrediente particulado; y reduciendo la temperatura por debajo de la temperatura de transición vítrea del ingrediente particulado, atrapando de ese modo al menos una parte del fluido supercrítico en el ingrediente particulado.

5 En una realización preferida, dicho método comprende adicionalmente las etapas de elevar la temperatura del fluido supercrítico para elevar la temperatura del ingrediente particulado por encima de la temperatura de transición vítrea del ingrediente particulado; y reducir la temperatura del fluido supercrítico para reducir la temperatura del ingrediente particulado por debajo de la temperatura de transición vítrea del ingrediente particulado.

10 Preferiblemente, el método comprende adicionalmente poner en contacto el ingrediente particulado con un flujo continuo del fluido supercrítico.

El fluido supercrítico puede comprender al menos uno de dióxido de carbono, óxido nitroso, un gas noble, un hidrocarburo halogenado, y un hidrocarburo. Además, o alternativamente, el fluido supercrítico puede tener una densidad en el intervalo de 0,1 g/cc a aproximadamente 1,6 g/cc.

15 El fluido supercrítico atrapado puede comprender al menos 0,5 por ciento en peso de la composición espumante y, opcionalmente, al menos una parte del fluido supercrítico atrapado puede comprender un gas licuado.

20 En realizaciones preferidas, se incorpora al menos un aditivo soluble en el fluido supercrítico.

El ingrediente particulado comprende preferiblemente al menos uno de un polvo sustancialmente libre de carbohidratos, un polvo sustancialmente libre de proteínas, y un polvo de café soluble.

25 El ingrediente particulado debe ser comestible y tener una temperatura de transición vítrea por encima de la temperatura ambiente (es decir, 0°C o más). Preferiblemente, la temperatura de transición vítrea está en el intervalo de 30°C a 150°C y más preferiblemente 50°C a 130°C. Preferiblemente, el contenido de humedad del ingrediente particulado (tanto antes como después de atrapar cualquier fluido supercrítico en los espacios internos (del mismo) está en el intervalo de 0-20% en peso, más preferiblemente 1-10%, y aún más preferiblemente 2-5%.

30 Preferiblemente, el tamaño de partícula del ingrediente particulado (tanto antes como después de atrapar cualquier fluido supercrítico en los espacios internos del mismo) es de 1-5000 micras, preferiblemente de 5-2000 micras, y más preferiblemente de 10-1000 micras. El ingrediente particulado puede ser de varias formas, incluyendo carbohidratos, proteínas, y/o mezclas de los mismos. El ingrediente particulado puede incluir opcionalmente una grasa dispersa además de carbohidratos y/o proteínas.

35 Los carbohidratos adecuados incluyen, por ejemplo, azúcares (tales como glucosa, fructosa, sacarosa, lactosa, manosa, y maltosa), alcoholes polihidroxilados (tales como glicerol, propilenglicol, poligliceroles, y polietilenglicoles), alcoholes de azúcares (tales como sorbitol, manitol, maltitol, lactitol, eritritol, y xilitol), oligosacáridos, polisacáridos, productos de hidrólisis del almidón (tales como, maltodextrinas, jarabes de glucosa, jarabes de maíz, jarabes con alto contenido de maltosa, y jarabes con alto contenido de fructosa), gomas (tales como xantano, alginatos, carragenanos, guar, gelano, algarroba, y gomas hidrolizadas), fibras solubles (tales como inulina, goma guar hidrolizada, y polidextrosa), almidones modificados (tales como, almidones modificados física o químicamente que son solubles o dispersables en agua), celulosas modificadas (tales como metilcelulosa, carboximetilcelulosa, e hidroxipropilmetilcelulosa) y/o mezclas de los mismos.

40 Las proteínas adecuadas incluyen, por ejemplo, proteínas de leche, proteínas de soja, proteínas de huevo, gelatina, colágeno, proteínas de trigo, proteínas hidrolizadas (tales como gelatina hidrolizada, colágeno hidrolizado, caseína hidrolizada, proteína de suero de leche hidrolizada, proteína de la leche hidrolizada, proteína de soja hidrolizada, proteína de huevo hidrolizada, proteína de trigo hidrolizada, y aminoácidos), y/o mezclas de los mismos.

50 Las grasas adecuadas incluyen, por ejemplo, grasas, aceites, aceites hidrogenados, aceites interesterificados, fosfolípidos y ácidos grasos derivados de fuentes vegetales, lácteas, o animales, y fracciones o mezcla de los mismos. La grasa también se puede seleccionar entre ceras, esteroides, estanoles, terpenos, y fracciones o mezclas de los mismos.

55 Opcionalmente, el ingrediente particulado puede estar sustancialmente libre de carbohidratos y/o sustancialmente libre de proteínas (tal como un polvo de café soluble, por ejemplo). Los ingredientes particulados sustancialmente libres de carbohidratos y/o sustancialmente libres de proteínas preferidos incluyen los descritos en la Publicación de la Solicitud de Patente de Estados Unidos Núm. 2006/0040033, 2006/0040034 y 2006/0040038. Ejemplos de tales ingredientes particulados se exponen a continuación en la Tabla 1 con sus respectivas temperaturas de transición vítrea. En la presente memoria, las composiciones espumantes libres de carbohidratos de esta invención contienen menos de aproximadamente 1%, preferiblemente menos de aproximadamente 0,5%, y más preferiblemente menos de 0,1% de carbohidratos. Las composiciones libres de carbohidratos especialmente preferidas de esta invención están desprovistas de carbohidratos. Las composiciones espumantes libres de proteínas de esta invención

60

contienen menos de aproximadamente 1%, preferiblemente menos de aproximadamente 0,5%, y más preferiblemente menos de aproximadamente 0,1% de proteína. Las composiciones libres de proteínas especialmente preferidas de esta invención están desprovistas de proteínas.

5

Tabla 1

Sustancialmente libre de proteínas	Tg (°C)
Maltodextrina 10 DE	65
Glucosa SS 33 DE al 92%	74
Almidón modificado al 8%	
Maltodextrina 18 DE al 92%	100
Almidón modificado al 8%	
Glucosa SS 33 DE al 98,5%	
Polisorbato 20 al 1%	
Alginato de propilenglicol (PGA) al 0,5%	68
Glucosa SS 33 DE al 82%	
Almidón modificado al 8%	
Aceite de soja hidrogenado al 10%	65
Sustancialmente libre de carbohidratos	Tg (°C)
Gelatina hidrolizada	70
Caseinato de sodio hidrolizado	69
Mezcla de carbohidratos y proteínas	Tg (°C)
Lactosa al 52% y Glucosa SS 33 DE	
Leche desnatada en polvo al 47%	
Fosfato disódico al 1%	61
Café soluble	Tg (°C)
Secado mediante pulverización	51
Con gas inyectado Atomizados	74
Secado mediante pulverización con gas inyectado	73
Liofilizado	60
<p>• Las composiciones se expresan como % en peso seco; SS = Sólidos de Jarabe; las proporciones exactas de los componentes ingredientes se pueden variar; la Tg puede variar sustancialmente y es una función de la composición y del nivel de humedad; las propiedades físicas pueden variar enormemente y están determinadas por los métodos de procesamiento y las condiciones utilizadas para la fabricación de ingredientes; esta lista de ejemplos no es limitante.</p>	

10

15

20

Preferiblemente, el ingrediente particulado comprende un ingrediente o mezcla de ingredientes seleccionados de tal manera que la estructura de la composición espumante es suficientemente fuerte para retener el fluido supercrítico atrapado. La temperatura de transición vítrea (Tg) marca un cambio de fase de segundo orden caracterizado por la transformación de la composición en polvo de un estado sólido particulado vítreo rígido a un estado sólido particulado de goma blanda. Este estado sólido particulado de goma blanda se distingue claramente de un estado fundido licuado (en el que todas las partículas calentadas se unirían para proporcionar un fluido viscoso homogéneo). En general, la solubilidad del gas y las velocidades de difusión son más altas en los materiales a, o por encima de, la Tg. La Tg depende de la composición química y el nivel de humedad y, en general, un peso molecular medio más bajo y/o una mayor humedad reducirán la Tg. La Tg se puede elevar o reducir deliberadamente simplemente disminuyendo o aumentando, respectivamente, el contenido de humedad del polvo utilizando cualquier procedimiento adecuado conocido para un experto en la técnica. La Tg se puede medir utilizando técnicas de calorimetría diferencial de barrido o de análisis térmico mecánico establecidas.

Los ingredientes opcionales adicionales incluyen, por ejemplo, edulcorantes artificiales, emulsionantes,

estabilizantes, espesantes, agentes antiapelmazantes, colores, sabores, aromas, y similares. Los edulcorantes artificiales adecuados incluyen sacarina, ciclamatos, acesulfamo, edulcorantes a base de L-aspartil, tales como aspartamo, y mezclas de estos. Los emulsionantes adecuados incluyen monoglicéridos, diglicéridos, lecitina, ésteres de monodiglicéridos de ácido diacetiltartárico (DATEM), estearoil-lactilatos, almidones alimentarios modificados, polisorbatos, PGA, ésteres de sacarosa, y mezclas de los mismos. Los estabilizadores adecuados incluyen fosfato dipotásico y citrato de sodio. Los agentes antiapelmazantes adecuados incluyen, por ejemplo, sodio silicato de aluminio, dióxido de silicio, y fosfato de tri-calcio.

Los fluidos supercríticos adecuados para su uso con la presente invención pueden incluir, por ejemplo, dióxido de carbono supercrítico, óxido nitroso supercrítico, gases nobles supercríticos tales como xenón, hidrocarburos halogenados supercríticos tales como Freones, e hidrocarburos supercríticos tales como etano, propano, butano, etileno, y similares. Se prefieren dióxido de carbono supercrítico, óxido nitroso supercrítico, y gases nobles supercríticos. El fluido supercrítico tiene una temperatura crítica de al menos 10°C, preferiblemente en el intervalo de 10°C a 175°C, más preferiblemente en el intervalo de 25°C a 150°C. El fluido supercrítico tiene preferiblemente una presión crítica en el intervalo de 20 atm a 100 atm, más preferiblemente en el intervalo de 30 atm a 80 atm, y una densidad en el intervalo de 0,1 g/cc a 1,6 g/cc, más preferiblemente en el intervalo de 0,15 g/cc a 1,4 g/cc, y lo más preferiblemente en el intervalo de 0,2 g/cc a 1,2 g/cc. Los fluidos supercríticos que tienen temperaturas críticas por debajo de 10°C (por ejemplo, N₂ con una temperatura crítica de -147°C) no son adecuados para su uso con la presente invención.

Un fluido supercrítico es una sustancia a una temperatura y presión por encima tanto de su temperatura crítica como de su presión crítica. La combinación de temperatura y presión críticas define el punto crítico termodinámico en el que el estado líquido deja de existir. Según se utiliza en la presente memoria, fluido supercrítico se refiere a un gas que ha alcanzado una temperatura y presión por encima de su punto crítico termodinámico. Fluido supercrítico atrapado se refiere a tal fluido supercrítico que está presente en los espacios internos de un ingrediente particulado poroso. Se contempla que, dependiendo de la temperatura crítica y de la presión del fluido supercrítico y la temperatura de transición vítrea del ingrediente particulado, la temperatura y la presión requeridas para atrapar el fluido supercrítico dentro de la estructura de poros del ingrediente particulado pueden dar como resultado que el fluido supercrítico no se encuentre ya en un estado supercrítico cuando esté atrapado. Por ejemplo, un fluido supercrítico atrapado en los espacios internos de un ingrediente particulado poroso a una temperatura por encima de la temperatura de transición vítrea del ingrediente particulado podría ser convertido posteriormente en un gas o mezcla de gas y líquido cuando el ingrediente particulado se enfríe por debajo de su temperatura de transición vítrea y el fluido supercrítico atrapado se enfríe por debajo de su temperatura crítica. Según se utiliza en la presente memoria, fluido supercrítico atrapado abarca también tales sustancias. La Tabla 2 proporciona datos para la temperatura crítica (°C), presión crítica (bares), densidad crítica (g/cc), y densidad del líquido (g/cc) aproximadas para una serie de gases adecuados.

Tabla 2

Gas	Temperatura crítica (°C)	Presión crítica (bar)	Densidad crítica (g/cc)	Densidad del líquido (g/cc)
Dióxido de carbono	31	73	0,46	1,1
Óxido nitroso	36	72		
Etano	32	49		
Propano	97	42		0,5
Butano	152	38		0,6
Etileno	10	51		
Freón 12	112	41	0,56	1,3
Freón 13	29	39	0,58	1,3
Freón 22	96	49	0,52	1,2
Freón 23	26	48	0,52	0,7
Freón 41	45	59		
Freón 116	20	30	0,61	1,6
Freón C318	115	28		
Xenón	17	58		

En una forma, una composición espumante se prepara atrapando un fluido supercrítico dentro de los espacios internos de un ingrediente particulado haciendo pasar un flujo continuo de fluido supercrítico a través del lecho de partículas. Preferiblemente, la temperatura del ingrediente particulado se eleva por encima de la temperatura de transición vítrea (Tg) del ingrediente particulado por contacto directo con el fluido supercrítico a medida que el fluido supercrítico calentado se hace pasar a través del lecho de partículas. Además, o como alternativa, la temperatura del ingrediente particulado puede elevarse por encima de la Tg utilizando una variedad de métodos conocidos por los expertos en la técnica para la aplicación de calor directo o indirecto (p. ej., recipiente de mezclador calentado con camisa, calentamiento por microondas, calentamiento con infrarrojos ("IR°), y similares).

Una vez que la temperatura del ingrediente particulado se eleva por encima de la Tg, el ingrediente particulado se mantiene a una temperatura por encima de la Tg durante un período de tiempo eficaz para transferir al menos una porción del fluido supercrítico a la pluralidad de espacios internos del ingrediente particulado, preferiblemente en el intervalo de 1 minuto a 30 minutos, más preferiblemente, en el intervalo de 5 minutos a 20 minutos. Posteriormente, la temperatura del ingrediente particulado se reduce por debajo de la Tg del ingrediente particulado, preferiblemente hasta al menos 10°C por debajo de la Tg, más preferentemente, al menos 20°C por debajo de la Tg, y lo más preferiblemente, al menos 30°C por debajo de la Tg. Preferiblemente, la temperatura del ingrediente particulado se reduce por debajo de la Tg del ingrediente particulado por contacto directo con el fluido supercrítico, o más preferiblemente, con un líquido como fluido supercrítico o el líquido se hace pasar a través del lecho de partículas a una temperatura por debajo de la Tg. Además, o como alternativa, la temperatura del ingrediente particulado se puede reducir por debajo de la Tg utilizando una variedad de métodos conocidos por los expertos en la técnica. Preferiblemente, el ingrediente particulado se enfría rápidamente a una velocidad mayor de 2°C/min, más preferiblemente, a una velocidad mayor de 4°C/min, incluso más preferiblemente, a una velocidad de más de 8°C/min y lo más preferiblemente, a una velocidad de más de 12°C por minuto. La velocidad de enfriamiento se refiere a la tasa media de enfriamiento del ingrediente particulado desde una temperatura por encima de la Tg hasta la temperatura de al menos 10°C más baja que la Tg. Se reconoce que la velocidad de enfriamiento del ingrediente particulado cambiará en el transcurso del procedimiento de enfriamiento en función de la diferencia de temperatura entre el ingrediente particulado y la temperatura del fluido que entra en el lecho de partículas. Preferiblemente, la presión se mantiene a, o por encima de, la presión crítica del fluido supercrítico durante todo el procedimiento.

Este procedimiento da como resultado el atrapamiento del fluido supercrítico dentro de los espacios internos del ingrediente particulado. Preferiblemente, el fluido supercrítico atrapado comprende al menos 0,5 por ciento en peso de la composición espumante resultante.

Cuando la composición espumante se incluye como parte de un producto alimenticio o de bebida en polvo o granulados, el gas se libera rápidamente después de la reconstitución con agua caliente o fría. La composición espumante libera preferiblemente al menos 2 cc, y más preferiblemente al menos 5 cc, de gas por gramo de la composición cuando se disuelve en un líquido en condiciones ambientales. A temperatura ambiente, la presión del fluido supercrítico atrapado dentro de los espacios internos de la composición espumante es mayor que la presión atmosférica (1 bar), preferiblemente mayor de 5 bares, más preferiblemente mayor de 10 bares, y más preferiblemente mayor de 20 bares. La rápida liberación de gas proporciona una capa de espuma de apariencia similar a la espuma de capuchino auténtico.

Se han encontrado que las composiciones espumantes preparadas como se ha descrito anteriormente proporcionan una serie de ventajas sorprendentes sobre las composiciones espumantes convencionales preparadas por medio de sistemas estáticos, en los que no hay flujo continuo de fluido a través del recipiente mientras está bajo presión. Más específicamente, los autores de la presente invención han encontrado que el paso de un flujo continuo de fluido supercrítico a través del lecho de partículas da como resultado menos aglomeración indeseable del ingrediente particulado que se encuentra en las composiciones espumantes convencionales preparadas en los sistemas estáticos. Aunque no se desea estar limitado por la teoría, se cree que el paso de un flujo continuo de fluido supercrítico inhibe la aglomeración de partículas, reduciendo al mínimo el tiempo de contacto entre las partículas y secando el ingrediente particulado durante el calentamiento inicial, especialmente de la humedad absorbida en la superficie. Los autores de la presente invención han encontrado que la aglomeración de partículas da como resultado un producto que tiene un tamaño medio de partícula indeseablemente grande (es decir, mayor de 500 µm), tamaño de burbuja más grande, y sorprendentemente, solubilidad relativamente escasa. De este modo, las partículas aglomeradas a menudo se deben retirar de producto acabado, lo que da como resultado tiempos de procesamiento más largos y desperdicio de materiales.

Con referencia a la FIG. 1, se ilustra un sistema que permite la producción por lotes de una composición espumante de acuerdo con un aspecto de la presente invención. Según se ilustra, se carga un ingrediente particulado (tal como un polvo poroso secado por pulverización) en un recipiente a presión. El dióxido de carbono se introduce en la parte inferior del recipiente a temperatura ambiente hasta que se alcanza una presión deseada preferiblemente, mayor de 20 bar (2 MPa), más preferiblemente, más de aproximadamente (5 MPa). Una vez que se alcanza la presión deseada, se introduce un flujo continuo de dióxido de carbono supercrítico a través del ingrediente particulado. El dióxido de carbono se calienta a una temperatura superior a la temperatura de transición vítrea (Tg) del ingrediente

particulado antes de ser introducido en el recipiente, y la presión en el recipiente se mantiene a, o por encima de, la presión crítica del dióxido de carbono supercrítico.

5 Una vez que la temperatura del ingrediente particulado en el recipiente supera la T_g , ésta se mantiene a, o por encima de, esa temperatura durante un período de tiempo eficaz para transferir al menos una porción del fluido supercrítico a los espacios internos del ingrediente particulado. Después de eso, el ingrediente particulado se enfría rápidamente mediante la introducción de dióxido de carbono líquido a 30°C o a una temperatura más baja, o mediante la introducción de dióxido de carbono supercrítico a una temperatura superior a su punto crítico (31°C) pero inferior a la temperatura de transición vítrea del ingrediente particulado, en el recipiente. En general, cuanto menor es la temperatura del dióxido de carbono introducido en el recipiente, y más rápida sea la velocidad de introducción de dióxido de carbono en el recipiente, más rápida es la velocidad de enfriamiento del ingrediente particulado. Una vez que la temperatura del ingrediente particulado está por debajo de 40°C , se puede despresurizar el recipiente y descargar la composición espumante.

15 Opcionalmente, una pluralidad de recipientes a presión se puede conectar en serie y/o aislar en diferentes etapas del procedimiento para permitir la producción continua o semi-continua de la composición espumante de acuerdo con la invención. Tal disposición puede reducir beneficiosamente la pérdida adicional de gas, los costes de materia prima, y el tiempo de procesamiento.

20 En otra forma, al menos una parte del fluido supercrítico atrapado comprende un gas licuado, que puede estar en contacto con un gas a presión. Esto puede conseguirse, por ejemplo, reduciendo de forma rápida la temperatura del fluido supercrítico hasta por debajo de la temperatura crítica y manteniendo una presión a, o por encima de, la presión crítica para atrapar el gas licuado condensado dentro de los espacios internos del ingrediente particulado. En tal caso, el fluido supercrítico atrapado puede comprender un mayor porcentaje en peso de la composición espumante resultante (preferiblemente al menos 1,0 por ciento en peso), lo que permite que una cantidad deseablemente mayor de gas sea liberada después de la reconstitución de la composición espumante ya que el licuado gas atrapado se convertirá rápidamente en gas cuando el ingrediente particulado se reconstituya.

30 En otra forma más, se pueden incorporar uno o más aditivos solubles, que incluyen, por ejemplo, ingredientes de sabor o aroma volátiles, agua, plastificantes, extractos botánicos, nutrientes, y/o vitaminas al fluido supercrítico. Como resultado, al menos una parte del aditivo o los aditivos solubles también será atrapada dentro de los espacios internos del ingrediente particulado junto con el fluido supercrítico. En una forma, por ejemplo, después de la reconstitución con un líquido, la composición espumante puede liberar una explosión deseable de sabor y/o aroma, además de la liberación de gas y la entrega de una capa de espuma.

35 En una forma, el ingrediente de sabor y/o aroma comprende un componente líquido o sólido volátil de un ingrediente de sabor o aroma susceptible de repartirse, disolverse o dispersarse, en parte o en su totalidad, en el fluido supercrítico. El ingrediente de sabor o aroma soluble en fluido supercrítico, volátil, que puede ser de origen natural o sintético, se compone preferiblemente de al menos un componente químico volátil oloroso miscible con el fluido supercrítico o soluble en el fluido supercrítico que es predominantemente líquido o sólido a 25°C y presión atmosférica en su forma pura. Preferiblemente tiene un punto de ebullición por debajo de 300°C , más preferiblemente por debajo de 200°C , y lo más preferiblemente por debajo de 150°C . Según se utiliza en la presente memoria, punto de ebullición se refiere a la temperatura a la cual el ingrediente sabor o aroma soluble en fluido supercrítico volátil se vaporiza o se descompone térmicamente a presión atmosférica. Oloroso se refiere a cualquier componente líquido o sólido volátil de un ingrediente de sabor o aroma capaz de ser percibida a través del sentido del olfato. Los ingredientes de sabor y aroma solubles en fluidos supercríticos volátiles adecuados pueden incluir, pero no se limitan a, vainillina, canfeno, benzoato de bencilo, cinamaldehído, decanoato de etilo, decanal, 2-heptilfurano, acetato de nonilo, octanoato de etilo, linalol, 1-octanol, acetato de heptilo, benzaldehído, d-limoneno, hexanoato de etilo, mirceno, heptanal, 2-heptanona, pentanoato de metilo, 2-etilfurano, 2,3-butanodiona, y mezclas de los mismos.

Ejemplos

55 Los siguientes ejemplos ilustran adicionalmente diversas características de la invención, pero no se pretende que limiten el alcance de la invención que se expone en las reivindicaciones adjuntas. A menos que se indique lo contrario, todos los porcentajes y proporciones son en peso. Todas las referencias citadas en la presente memoria se incorporan como referencia.

Ejemplo 1

60 El siguiente ejemplo demuestra los beneficios de la presente invención en las mezclas de capuchino instantáneo reconstituido con 150 ml de agua caliente (88°C) en un vaso de precipitados de 250 ml que tiene un diámetro interno de 65 mm.

Se preparó una composición espumante de acuerdo con los siguientes procedimientos. En primer lugar, 300 g de un polvo poroso secado por pulverización (que tenía un tamaño medio de partícula (D50) de 130 μm medido mediante difracción láser con 0% > 500 micras) que contenía una pluralidad de espacios internos y que consistía en almidón sustituido con 92% de maltodextrina y 8% de octenilsuccinato sódico (peso seco) se cargó en un recipiente a presión de acero inoxidable de 2 L. Este polvo de carbohidrato libre de proteína tenía una temperatura de transición vítrea (Tg) de 100°C y un volumen del espacio interno de aproximadamente 70 por ciento en volumen. Se introdujo gas dióxido de carbono en la parte inferior del recipiente a temperatura ambiente (22°C) y se comprimió hasta que la presión en el recipiente alcanzó una presión manométrica de 57 bares (5,7 MPa). Una cantidad adicional de gas de dióxido de carbono se calentó progresivamente a una temperatura máxima de 129°C (por encima de su temperatura crítica) y se introdujo en la parte inferior del recipiente hasta que la presión en el recipiente alcanzó una presión manométrica de 102 bares (10,2 MPa) (por encima de la presión crítica de 74 bar (7,4 MPa). En estas condiciones de calentamiento y compresión, el dióxido de carbono se transformó de un gas a un fluido supercrítico.

Una vez que la presión alcanzó una presión manométrica de 102 bares (10,2 MPa), se inició un flujo continuo de dióxido de carbono supercrítico a través del lecho de polvo a una velocidad de aproximadamente 10 L/h según se midió en la salida de la bomba de alta presión. Cabe señalar que el dióxido de carbono se calentó a una temperatura por encima de la Tg del polvo antes de ser introducido en el recipiente y la presión en el recipiente se mantuvo a una presión manométrica de 102 (10,2 MPa) (por encima de la presión crítica de 74 bares (7,4 MPa).

Una vez que la temperatura del polvo en el recipiente superó la Tg, el polvo se mantuvo a esa temperatura durante aproximadamente 10 minutos. En este Ejemplo, el tiempo necesario para presurizar el recipiente y calentar el polvo, según se midió cerca de la parte inferior del recipiente, a 101°C fue de 30 minutos.

El polvo se enfrió rápidamente a una temperatura por debajo de la Tg a una presión manométrica de 102 bares (10,2 MPa) mediante la introducción de dióxido de carbono supercrítico a 40°C en el recipiente a una velocidad de 10 L/h. Con referencia a la FIG. 2, en este Ejemplo, el enfriamiento y despresurización generales (a aproximadamente 40°C y bares (0 MPa) tomó 41 minutos; el tiempo para enfriar el polvo, según se mide cerca de la parte inferior del recipiente, de 105°C a 71°C fue de 3 minutos, y el tiempo para enfriar de 105°C a 45°C fue de 7 minutos. Esto equivale a una velocidad media de enfriamiento de más de 11°C/min desde una temperatura por encima de la Tg a una temperatura 30°C por debajo de la Tg y, por lo tanto, una velocidad media de enfriamiento mayor de 11°C/min desde una temperatura por encima de la Tg a una temperatura de 10°C por debajo de la Tg. Con referencia a la FIG. 2, el enfriamiento del polvo se produjo mucho más rápidamente que el calentamiento del polvo debido a que el dióxido de carbono supercrítico de temperatura inferior (40°C) utilizado para enfriar el polvo tenía una densidad (aproximadamente 0,65 g/cc) y una capacidad calorífica mayores que el dióxido de carbono supercrítico de temperatura superior (Tg del polvo anterior) utilizado para calentar el polvo. Con referencia a la FIG. 3, los fluidos supercríticos a ambas temperaturas, y a las temperaturas intermedias alcanzadas durante el calentamiento y el enfriamiento, tenían una densidad y una capacidad calorífica beneficiosamente mayor que el dióxido de carbono gaseoso a temperatura ambiente. Una vez que la temperatura del polvo alcanzó 40°C, el recipiente se despresurizó y se descargó el polvo.

Cuando se añadieron 3 g de esta composición espumante que contenía gas dióxido de carbono supercrítico atrapado a 11,5 g de una mezcla de capuchino instantáneo que comprendía café soluble, sustitutivo lácteo espumante en polvo convencional, y azúcar, y se reconstituyeron como se describió anteriormente, la altura de la espuma (medida entre la superficie del líquido y la parte superior de la espuma) fue de más de 30 mm. Por el contrario, la altura de la espuma creada sin la adición del polvo a presión fue de 10 mm. El conocimiento de la densidad de la espuma y del volumen de espuma incremental se utilizó para estimar la cantidad (corregida a temperatura y presión ambiente) de gas liberado por la composición espumante hasta al menos 15 cc por gramo de polvo a temperatura ambiente (25°C) y presión, que corresponde a un contenido de gas estimado de al menos 2,7 por ciento en peso. La composición espumante tenía un volumen del espacio interno de 18 por ciento en volumen, que corresponde a una medida de volumen del espacio interno de 0,16 cc/g.

Estos datos indican que si todo el dióxido de carbono supercrítico atrapado estuviera presente en forma de gas dentro de los espacios internos de la composición espumante cuando se enfría a temperatura ambiente, la presión de gas estimada (95 bares (9,5 MPa) a 25°C; 93 bares (9,3 MPa) a 20°C; 90 bares (9,0 MPa) a 10°C; 87 bares (8,7 MPa) a 0°C) dentro de los espacios internos excedería significativamente el límite de presión de vapor saturado conocido (64 bares (6,4 MPa) a 25°C; 57 bares (5,7 MPa) a 20°C, a 45 bares (4,5 MPa) a 10°C; 35 bares (3,15 MPa) a 0°C) de gas dióxido de carbono en contacto con dióxido de carbono líquido. Este hallazgo indica una porción significativa, suficiente para evitar la formación de la presión del gas que exceda el límite de presión de vapor saturado, de dióxido de carbono supercrítico atrapado condensado a un estado líquido dentro de los espacios internos de la composición espumante durante el enfriamiento. En consecuencia, esto indica que una mezcla de dióxido de carbono gaseoso y licuado está presente dentro de los espacios internos de la composición espumante enfriada, incluso cuando se permite la posibilidad de que una pequeña parte del dióxido de carbono se pueda disolver en la fase sólida de la composición espumante. Se obtuvo este resultado beneficioso debido a que el dióxido de carbono supercrítico se atrapó intencionalmente dentro de los espacios internos del polvo a una

temperatura de (T_g; 100°C) y presión (102 bares (10,2 MPa) muy superiores a la temperatura crítica (31°C) y presión crítica (74 bares (7,4 MPa) enfriando el polvo a una temperatura por debajo de la T_g antes de despresurizar el recipiente y enfriar el polvo a una temperatura por debajo de la temperatura crítica (a temperatura ambiente).

5 La presión del gas de 95 bares dentro de los espacios internos a 25°C se calculó dividiendo el contenido de gas de la composición espumante (15 cc/g) por el volumen del espacio interno (0,16 cc/g y a continuación convirtiendo la presión del gas de 94 atmósferas obtenida en unidades de bares (1 atmósfera es igual a 1,01325 bar y que es igual a 0,101325 MPa). La presión del gas estimada enumerada para temperaturas más bajas se obtuvieron mediante la aplicación de la ley de los gases ideales.

10 Sin embargo, no se necesitan métodos de estimación para confirmar la presencia de una mezcla de dióxido de carbono gaseoso y licuado dentro de los espacios internos de la composición espumante enfriada ya que, según la teoría establecida, a medida que el fluido supercrítico atrapado se enfría a una temperatura inmediatamente por debajo de la temperatura crítica, una porción se condensará para proporcionar una fase líquida en contacto en equilibrio con una fase de vapor saturado (gas) a una presión inmediatamente por debajo de la presión crítica. Cuando la composición espumante se enfría adicionalmente a temperaturas más bajas, la presión de vapor saturado del espacio disminuirá a medida que se condense una porción creciente de la fase gaseosa para aumentar la proporción de la fase líquida en la mezcla de equilibrio. Este procedimiento de enfriamiento rastreará generalmente el límite de la fase gas-líquido bien establecido del diagrama de fases de dióxido de carbono cuando la presión se represente como una función de la temperatura. En general, cuanto mayor sea la presión de fluido supercrítico atrapado dentro de los espacios internos de la composición espumante antes de la refrigeración a una temperatura inmediatamente por debajo de la temperatura crítica, mayor es la porción que se condensa a líquido en equilibrio con vapor saturado, y cuanto más se reduzca adicionalmente la temperatura por debajo de la temperatura crítica, mayor es la porción de vapor saturado que se condensa a líquido. En consecuencia, el uso de presiones de fluido supercrítico relativamente altas proporcionará generalmente porciones relativamente grandes de dióxido de carbono licuado atrapado en equilibrio con el dióxido de carbono gaseoso dentro de los espacios internos de la composición espumante enfriada a temperaturas por debajo de la temperatura crítica.

30 Ejemplo 2

El siguiente Ejemplo demuestra las ventajas de un sistema de flujo continuo de acuerdo con la presente invención sobre un sistema estático con respecto a la inhibición de la aglomeración indeseable de partículas. Una primera composición espumante (Muestra 1) se preparó de acuerdo con los procedimientos descritos anteriormente en el Ejemplo 1, en la que se introdujo un flujo continuo de dióxido de carbono supercrítico en la parte inferior del recipiente para calentar y enfriar el polvo.

35 Se prepararon tres composiciones de comparación de la formación de espuma (Muestras 2-4) en sistemas cerrados, o estáticos. En cada muestra de comparación, el polvo secado mediante pulverización poroso del Ejemplo 1 y el dióxido de carbono supercrítico se cargaron en un recipiente calentado con camisa. La presión inicial en cada recipiente se fijó entre 36 y 64 bares (3,6 y 6,4 MPa), cargando el recipiente con dióxido de carbono desde un cilindro presurizado. Los recipientes se sellaron y se calentaron hasta que la temperatura estuvo por encima de la temperatura de transición vítrea del polvo. La presión máxima en cada recipiente fue de 101 bares (10,1 MPa) en la Muestra 2, 88 bares (8,8 MPa) en la Muestra 3 y 50 bares (5,0 MPa) en la Muestra 4.

45 Se determinó el grado de aglomeración de las cuatro muestras como el porcentaje de producto > 500 µm [tamaño de partícula], según se determinó mediante tamizado. Los resultados se muestran en la Tabla 3 a continuación. La Muestra 1, preparada en un sistema de flujo continuo de acuerdo con la presente invención, tenía ventajosamente efectivamente 0% del producto > 500 micras. En comparación, las Muestras 2-4, preparadas en sistemas cerrados, o estáticos, tenían, respectivamente, 40%, 50% y 40% del producto > 500 micras. Por lo tanto, se observó que el sistema de flujo continuo inhibía ventajosamente la aglomeración de partículas.

Tabla 3

Muestra	Presión máxima (Bares)	Temperatura	Flujo Continuo/Estático	Grado de Aglomeración (% del producto > 500 µm)
1	102	> T _g	Flujo continuo	0
2	101	> T _g	Estático	40
3	88	> T _g	Estático	50
4	50	> T _g	Estático	50

55 Ejemplo 3

El siguiente Ejemplo demuestra los beneficios de la presente invención en un polvo de café instantáneo y mezcla de capuchino instantáneo reconstituidos con 200 ml de agua caliente (88°C) en un vaso de precipitados de 250 ml que tiene un diámetro interno de 65 mm.

5 Se preparó una composición espumante de acuerdo con los siguientes procedimientos. En primer lugar, se cargaron 1200 g de un polvo de café soluble poroso seco mediante pulverización (que tenía un tamaño medio de partícula (D50) de 192 µm medido mediante difracción láser con 0% > 500 micras) que contenía una pluralidad de espacios internos en un recipiente de presión de acero inoxidable de 8 L. Este polvo de café soluble tenía una temperatura de transición vítrea (T_g) de aproximadamente 60°C y un volumen del espacio interno de aproximadamente 55 por ciento en volumen. El dióxido de carbono se introdujo en la parte inferior del recipiente a temperatura ambiente (22°C) y se comprimió hasta que la presión en el recipiente alcanzó 55 bares (5,5 MPa) de calibre. Una cantidad adicional de gas de dióxido de carbono se calentó progresivamente a una temperatura máxima de aproximadamente 85°C (por encima de su temperatura crítica) y se introdujo en la parte inferior del recipiente hasta que la presión en el recipiente alcanzó una presión manométrica de 100 bares (10,0 MPa) (por encima de la presión crítica de 74 bares (7,4 MPa)). En estas condiciones de calentamiento y compresión, el dióxido de carbono se transformó de un gas a un fluido supercrítico.

Una vez que la presión alcanzó una presión manométrica de 100 bares (10,0 MPa), se inició un flujo continuo de dióxido de carbono supercrítico a través del lecho de polvo a una velocidad de aproximadamente 10 L/h (medida en la salida de la bomba de alta presión). El dióxido de carbono se calentó a una temperatura por encima de la T_g del polvo antes de ser introducido en el recipiente y la presión en el recipiente se mantuvo a una presión manométrica de 100 bares (10,0 MPa) (por encima de la presión crítica de 74 bares (7,4 MPa)).

Una vez que la temperatura del polvo en el recipiente superó la T_g, el polvo se mantuvo a esa temperatura durante aproximadamente 10 minutos. En este ejemplo, el tiempo necesario para presurizar el recipiente y calentar el polvo, tal como se mide cerca de la salida del recipiente, a una temperatura de 60°C fue de 50 minutos. El tiempo necesario para calentar el polvo a una temperatura superior a la temperatura de transición vítrea en este Ejemplo fue más largo que el tiempo necesario en el Ejemplo 1, debido a la mayor cantidad de polvo presente, y el mayor tamaño del recipiente de presión en este Ejemplo con respecto a la velocidad de flujo del dióxido de carbono. La ubicación en la que se midió la temperatura también fue diferente de la ubicación del Ejemplo 1, debido a consideraciones prácticas. El tiempo necesario para calentar el polvo por encima de la temperatura de transición vítrea puede ser fácilmente alterado por un experto en la técnica, mediante el ajuste de la temperatura y/o la velocidad de flujo del dióxido de carbono supercrítico en el recipiente.

Después de la despresurización del recipiente, el separador se vació, y se observó que estaban presentes aproximadamente 1,3 g de una sustancia acuosa de color pardo muy aromática. Aunque no se desea estar limitado por la teoría, se cree que esta sustancia comprendía agua y componentes aromáticos extraídos de la superficie del polvo de café soluble. Con referencia a la FIG. 1, el separador comprende un tanque presurizado en el que se hace pasar el flujo de dióxido de carbono del recipiente que contiene el polvo de café soluble. Puesto que la presión y la temperatura en el separador se mantienen a una presión y temperatura a las que el dióxido de carbono puede existir en un estado tanto líquido como de vapor, el dióxido de carbono que entra en el separador es por lo tanto separado en una porción líquida (que se acumula en la parte inferior de la separador) y una porción gaseosa, que se toma desde la parte superior del separador y posteriormente se condensa, se calienta y luego hace pasar a través del recipiente que contiene el polvo de café soluble. Los componentes cualesquiera presentes en la corriente de dióxido de carbono que entran en el separador que son solubles en el dióxido de carbono líquido, pero no en el dióxido de carbono gaseoso, son retenidos en el separador.

El polvo se enfrió rápidamente a una temperatura por debajo de la T_g a una presión manométrica de 100 bares (10,0 MPa) mediante la introducción de un flujo de dióxido de carbono enfriado a una temperatura tan baja como 30°C en el recipiente a una velocidad de aproximadamente 10 L/h. En este ejemplo, el dióxido de carbono se enfrió hasta por debajo de la temperatura crítica del dióxido de carbono de 31°C, por lo tanto, transformando el dióxido de carbono de un fluido supercrítico a una forma líquida. Con referencia a la FIG. 3, esto aumentó beneficiosamente la velocidad de enfriamiento del polvo con respecto al uso de dióxido de carbono supercrítico a la misma presión (pero a una temperatura por encima de la temperatura crítica), debido a un aumento de la diferencia de temperatura entre el fluido y el polvo, y también debido a que el dióxido de carbono líquido a la misma presión y 30°C tiene una densidad (aproximadamente 0,77 g/cc) y capacidad calorífica más alta que el dióxido de carbono supercrítico a la misma presión (pero a una temperatura por encima de la temperatura crítica). Con referencia a la FIG. 3, el dióxido de carbono utilizado tanto para el calentamiento como para la refrigeración tenía densidad y capacidad de calor beneficiosamente mayor que el dióxido de carbono gaseoso a temperatura ambiente. Una vez que la temperatura del polvo alcanzó aproximadamente 35°C, el recipiente se despresurizó y se descargó el polvo. En este ejemplo, el tiempo necesario para enfriar el polvo desde una temperatura de 60,7°C (por encima de la T_g) a 49,8°C (por debajo de la T_b) fue sólo de 5 minutos, y el tiempo necesario para enfriar y despresurizar el recipiente (a una presión manométrica de 0 bares (0 MPa)) fue de 26 minutos.

5 Cuando 3 g de esta composición espumante que contenía de dióxido de carbono supercrítico atrapado se añadió a 8,0 g de una mezcla de capuchino instantánea que comprendía sustitutivo lácteo espumante en polvo convencional y el azúcar, y se reconstituyeron como se describió anteriormente, la altura de la espuma (medida entre la superficie del líquido y la parte superior de la espuma) fue de más de 18 mm. Por el contrario, la altura de la espuma creada sin la adición del polvo a presión fue de aproximadamente 8 mm. Del mismo modo, cuando se reconstituyeron 3 g de la composición espumante que contenía dióxido de carbono supercrítico atrapado (sin la adición de otros ingredientes cualesquiera) para proporcionar una bebida de café instantáneo, la altura de la espuma (medida entre la superficie del líquido y la parte superior de la espuma) fue de más de 10 mm. Por el contrario, la altura de la espuma creada cuando se reconstituyó el polvo de café soluble presurizado (sin dióxido de carbono supercrítico atrapado), fue sólo de 1,5 mm. El conocimiento de la densidad de la espuma y el volumen de espuma incremental se utilizó para estimar la cantidad (corregida a temperatura y presión ambiente) de gas liberado por la composición espumante a al menos 7 cc por gramo de polvo a temperatura (25°C) y presión ambiente, que corresponde a un contenido de gas estimado de al menos 1,2 por ciento en peso. La composición espumante tenía un volumen del espacio interno de 9 por ciento en volumen, que corresponde a una medida de volumen del espacio interno de aproximadamente 0,07 cc/g.

20 Al aplicar los mismos cálculos que en el Ejemplo 1, con el fin de determinar la presión de fluido supercrítico atrapado presente dentro de los espacios internos de la composición espumante enfriada, los datos indican que está presente una mezcla de dióxido de carbono gaseoso y licuado dentro de los espacios internos del polvo en este ejemplo, con una proporción ligeramente mayor de dióxido de carbono licuado presente que en los espacios internos del polvo que comprende la composición espumante del Ejemplo 1.

REIVINDICACIONES

1. Un método para preparar una composición espumante que comprende:

5 poner en contacto un flujo continuo de un fluido supercrítico con un ingrediente particulado que tiene una temperatura de transición vítrea por encima de la temperatura ambiente a una temperatura por encima de la temperatura de transición vítrea del ingrediente particulado, en donde el fluido supercrítico es dióxido de carbono, óxido nitroso, o un hidrocarburo halogenado, en donde el fluido supercrítico tiene una temperatura crítica de al menos 10°C y
 10 en donde el ingrediente particulado comprende una pluralidad de espacios internos; albergando el ingrediente particulado a la temperatura por encima de la temperatura de transición vítrea del ingrediente particulado durante un período de tiempo eficaz para permitir la transferencia del fluido supercrítico a la pluralidad de espacios internos del ingrediente particulado;
 15 reducir la temperatura por debajo de la temperatura de transición vítrea del ingrediente particulado, atrapando de ese modo al menos una parte del fluido supercrítico en la pluralidad de espacios internos del ingrediente particulado; y
 20 reducir adicionalmente la temperatura por debajo de la temperatura crítica de tal manera que los fluidos supercríticos atrapados formen una mezcla de gas y gas licuado en la pluralidad de espacios internos del ingrediente particulado.

2. El método de la reivindicación 1 que comprende adicionalmente:

25 elevar la temperatura del fluido supercrítico para elevar la temperatura del ingrediente particulado por encima de la temperatura de transición vítrea del ingrediente particulado; y
 30 reducir la temperatura del fluido supercrítico para reducir la temperatura del ingrediente particulado por debajo de la temperatura de transición vítrea del ingrediente particulado.

3. El método de la Reivindicación 1 o 2, en donde el contacto con un flujo continuo de un fluido supercrítico con un ingrediente particulado es eficaz para inhibir la aglomeración de partículas en el ingrediente particulado que tiene la mezcla de gas y gas licuado en la pluralidad de espacios internos.

4. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el fluido supercrítico tiene una densidad en el intervalo de 0,1 g/cc a 1,6 g/cc.

5. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde la mezcla de gas y gas licuado atrapada comprende por ciento al menos 0,5 en peso de la composición espumante

6. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, que comprende adicionalmente la incorporación de al menos un aditivo soluble en el fluido supercrítico.

7. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde el ingrediente particulado comprende al menos uno de un polvo sustancialmente libre de carbohidratos, un polvo sustancialmente libre de proteínas, y un polvo de café soluble.

8. Una composición espumante que comprende:

50 un ingrediente particulado que tiene una temperatura de transición vítrea por encima de la temperatura ambiente y que tiene una pluralidad de espacios internos que contienen una mezcla de gas y gas licuado de un fluido supercrítico, en donde el fluido supercrítico es dióxido de carbono, óxido nitroso, o un hidrocarburo halogenado, en donde el fluido supercrítico tiene una temperatura crítica de al menos 10°C y en donde el ingrediente particulado comprende una pluralidad de espacios internos, siendo atrapados el gas y el gas licuado en los espacios internos.

9. La composición espumante de la reivindicación 8, en donde el fluido supercrítico tiene una densidad en el intervalo de 0,1 g/cc a 1,6 g/cc.

10. La composición espumante de la reivindicación 8 o 9, en donde la mezcla de gas y gas licuado atrapada comprende al menos 0,5 por ciento en peso de la composición espumante.

11. La composición espumante de una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10, en donde se incorpora al menos un aditivo soluble en el fluido supercrítico.

12. La composición espumante de una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 11, en donde los ingredientes particulados tienen una temperatura de transición vítrea de al menos 30°C y comprenden al menos uno de un polvo

sustancialmente libre de carbohidratos, un polvo sustancialmente libre de proteínas, y un polvo de café soluble.

5 13. La composición espumante de una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 12, en donde el ingrediente particulado que ha sido expuesto a un flujo continuo del fluido supercrítico es eficaz para inhibir la aglomeración de partículas en el ingrediente particulado que tiene la mezcla de gas y gas licuado en la pluralidad de espacios interinos.

14. Un método para preparar una composición espumante de acuerdo con la Reivindicación 1 o 3, en donde el fluido supercrítico es dióxido de carbono supercrítico.

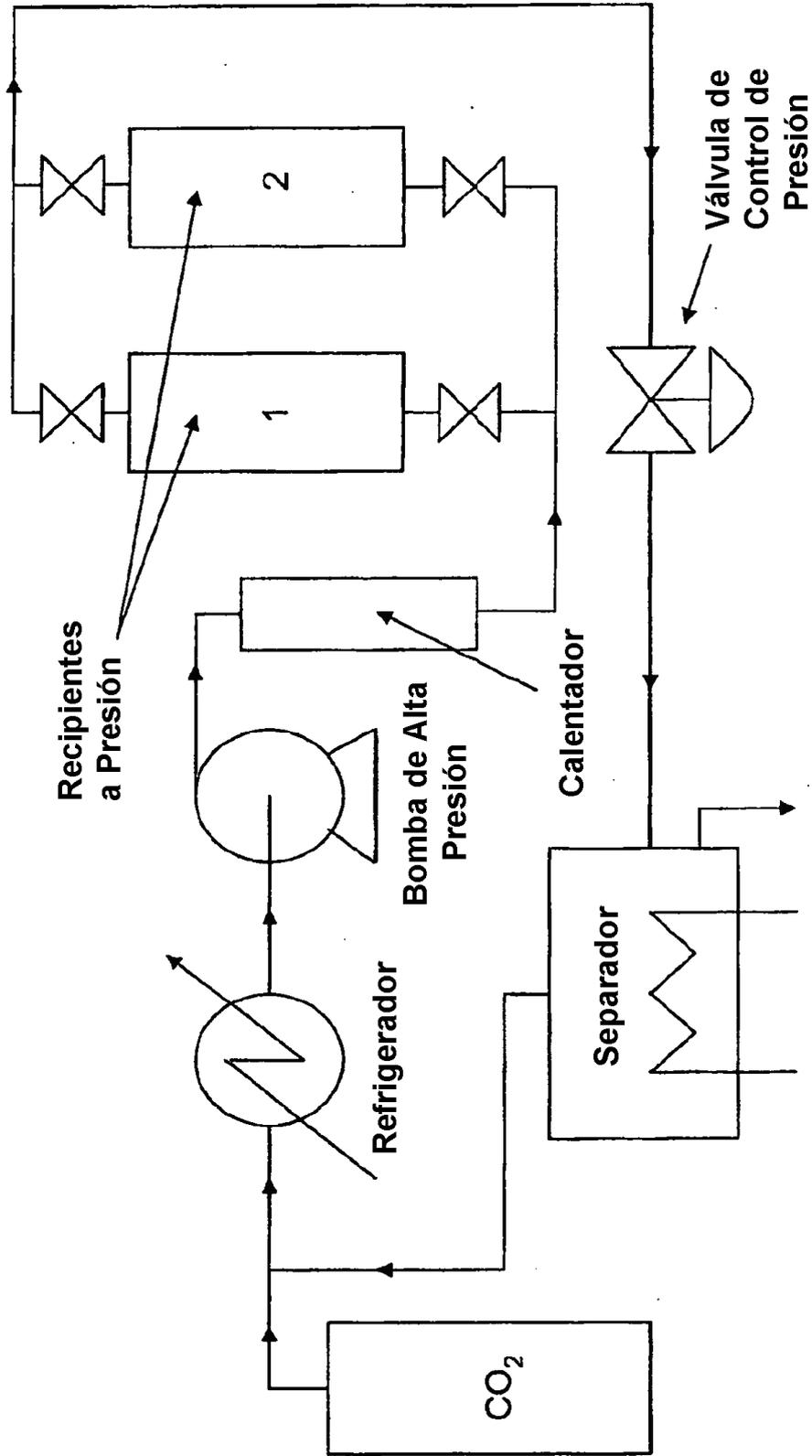


FIG. 1

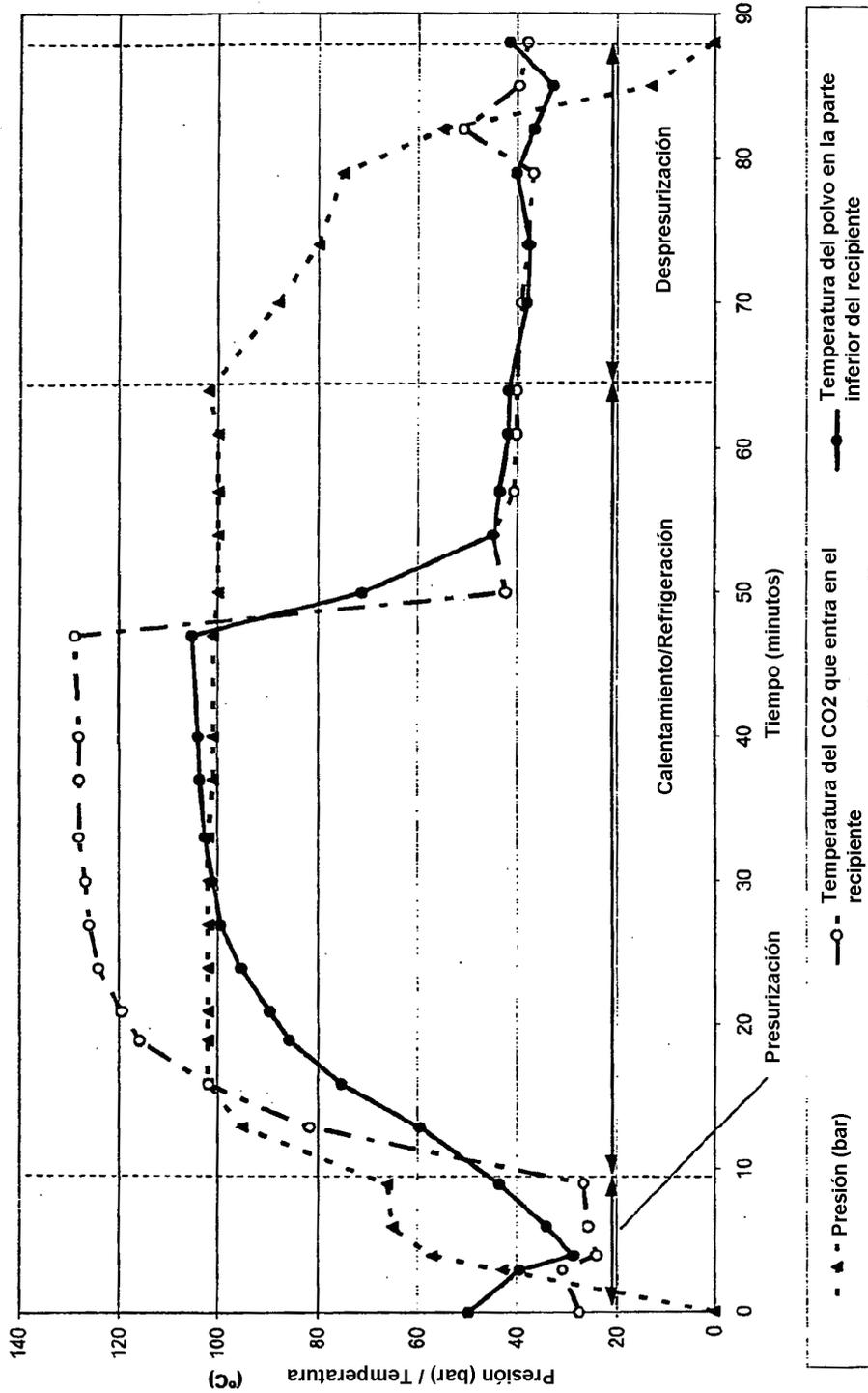


FIG. 2

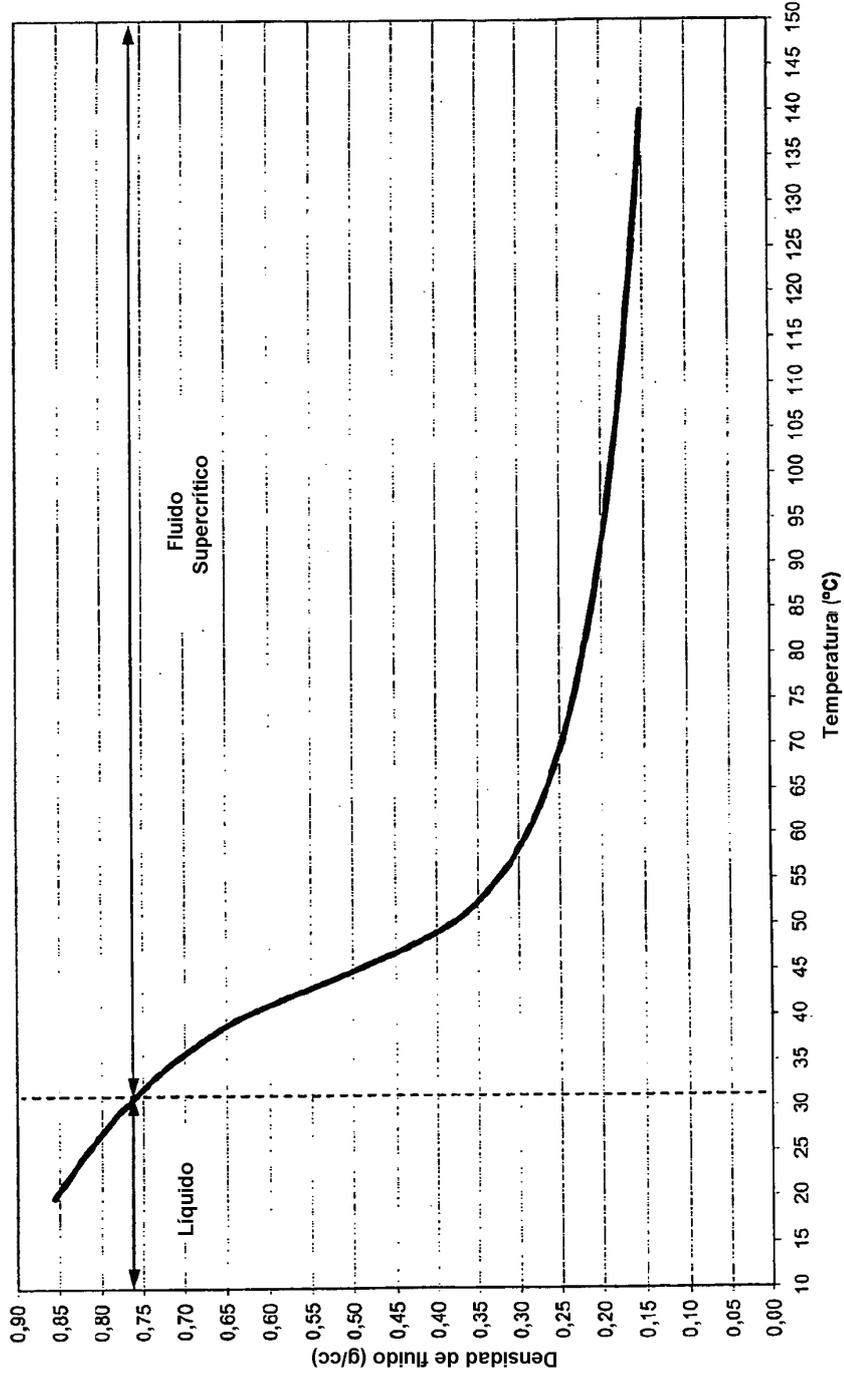


FIG. 3