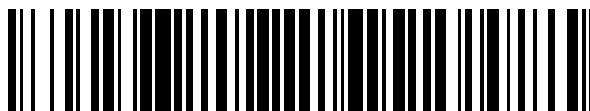


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 623 290**

51 Int. Cl.:

**A23F 5/46** (2006.01)  
**A23F 5/48** (2006.01)  
**A23L 5/00** (2006.01)  
**A23L 7/00** (2006.01)  
**A23L 9/00** (2006.01)  
**A23L 21/00** (2006.01)  
**A23L 27/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.05.2014 PCT/EP2014/059595**  
87 Fecha y número de publicación internacional: **20.11.2014 WO14184119**  
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.05.2014 E 14725060 (9)**  
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.02.2017 EP 3001791**

54 Título: **Cápsulas de liberación de aromas**

30 Prioridad:

**13.05.2013 EP 13167418**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**10.07.2017**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**BRAGA, ANA LUIZA;  
GUNES, ZEYNEL DENIZ;  
HUSNY, JOESKA;  
PRETRE, DANIEL ANDRÉ y  
SOUSSAN, ELODIE**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

ES 2 623 290 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**

Cápsulas de liberación de aromas

5    Ámbito técnico de la presente invención

La presente invención se refiere a cápsulas que contienen esencia de café como sistema de liberación de aromas. En particular la presente invención se refiere a procesos para producir dichas cápsulas de esencia de café. Además la presente invención se refiere a ingredientes y productos alimenticios que contienen dichas cápsulas de esencia de

10

Antecedentes de la presente invención

Los componentes volátiles aromáticos se liberan a menudo muy rápidamente tras la reconstitución, p.ej. en agua caliente, y como resultado disminuye enseguida la percepción aromática del sabor por parte de los consumidores. Un modo de controlar la liberación del aroma es la adición de sistemas de liberación de aromas durante el proceso, de forma que queden embebidos en el producto final. Un sistema de liberación de aromas puede estar compuesto por gotitas de aceite envueltas individualmente por una membrana, tal como se propone, por ejemplo, en la patente EP 0008015.

15

20

Sin embargo los consumidores exigen cada vez más que los productos estén elaborados totalmente a partir de materiales naturales, p.ej. de granos de café.

25

Por lo tanto sería ventajoso un sistema mejorado de liberación de aromas y en particular un sistema de liberación de aromas más eficiente y/o fiable, constituido totalmente por materiales naturales u orgánicos.

Resumen de la presente invención

La presente invención se refiere a la formación de cápsulas que contengan una composición encapsulada, usando esencia de café para elaborarlas. Así, un objeto de la presente invención se refiere a la preparación de cápsulas que contienen una composición encapsulada, para usarlas como sistema de liberación de aroma.

30

En particular es un objeto de la presente invención proporcionar un sistema de liberación de aroma que resuelva los problemas arriba mencionados del estado técnico previo, definiendo los componentes esenciales para la formación de sistemas de liberación de aromas.

35

Por tanto un aspecto de la presente invención se refiere a un proceso para producir cápsulas que contengan una composición encapsulada, el cual consiste en

a) preparar

40

- una primera composición acuosa que comprenda proteínas, y/o péptidos, y/o polisacáridos y/o polifenoles;
- una segunda composición que comprenda esencia de café;

b) emulsionar opcionalmente con una fase acuosa la composición que lleva esencia de café;

c) mezclar la primera composición con la segunda composición a un pH inferior a 7, produciendo una emulsión;

45

d) concentrar opcionalmente la emulsión;

e) subir el pH hasta 7 o más;

f) secar opcionalmente la emulsión; y

g) elaborar la cápsula que contiene una composición encapsulada. No obstante, otro aspecto de la presente invención consiste en preparar una cápsula que contenga una composición encapsulada, de manera que la cápsula esté formada por

50

- un núcleo constituido por una composición que lleve esencia de café; y

- una membrana envolvente del núcleo que comprenda componentes de esencia de café y proteínas, y/o péptidos, y/o polisacáridos y/o polifenoles.

55

Otro aspecto más de la presente invención consiste en ofrecer una composición que comprenda la cápsula con una composición encapsulada de acuerdo con la presente invención.

Otro aspecto más de la presente invención se refiere a un producto alimenticio o a una matriz no alimenticia que comprenda la cápsula con una composición encapsulada de acuerdo con la presente invención.

60

Y otro aspecto se refiere a un producto alimenticio que comprende un ingrediente o composición alimenticia según la presente invención.

Descripción breve de las figuras

Figura 1

5 La figura 1 muestra una vista general esquemática del proceso de producción.

Figura 2

10 La figura 2 muestra perfiles de temperatura de liberación. A) extracto de café verde al 2,5% retenido por MF (pH 9) en extracto de café. B) extracto de café verde al 2,5% retenido por MF, lavado 6xUF (pH 6) en café.

Figura 3

15 La figura 3 muestra microfotografías de MEB de extracto de café verde al 2,5% obtenido por UF. A) Fotografía MEB de cápsulas de esencia de café de pH 9. Diámetro alrededor de 80 µm. B) Fotografía crío-MEB de cápsulas de pH 7. Diámetro alrededor de 50 µm.

Figura 4

20 La figura 4 muestra fotografías al microscopio de cápsulas de esencia de café verde de pH 7 hechas con extractos de varias concentraciones (pH final 7). Fila superior: tras la producción. Fila inferior: en extracto de café concentrado al 50%.

Figura 5

25 En la figura 5 se representa la estabilidad de cápsulas de esencia de café verde, elaboradas con extractos de varias concentraciones, durante la incorporación a extracto de café concentrado al 50%.

Figura 6

30 La figura 6 muestra cápsulas intactas de esencia de café tras el proceso de liofilización en una matriz de café.

Figura 7

35 La figura 7 muestra fotografías al microscopio de cápsulas de esencia de café verde, tostado o torrefacto, de pH 7-9, elaboradas del modo descrito en el ejemplo 1 con extracto concentrado al 2,5%. Fotografías tomadas después de la producción y en extracto de café concentrado al 50% (licor de café concentrado). MF: microfiltración y UF: ultrafiltración. Las cápsulas de esencia de café mostradas tienen un diámetro comprendido en el intervalo de 50-150 µm.

Figura 8

40 La figura 8 muestra la tensión interfacial entre el extracto retenido de café verde del 2,5% a diferentes valores de pH y el triglicérido de cadena media (TCM) mezclado con surfactantes de esencia de café.

Figura 9

45 La figura 9 muestra cápsulas producidas con una fase acuosa sin café y aromatizadas con esencia de café.

Figura 10

50 La figura 10 muestra cápsulas de aceite de pescado antes y después de añadirlas a leche descremada.

55 La presente invención se describe a continuación con mayor detalle mediante la siguiente exposición.

Descripción detallada de la presente invención

60 Como se ha dicho anteriormente, la presente invención se refiere a procesos para producir un sistema de liberación de aromas capaz de desprenderlos de manera controlada/retardada. Aunque aquí se describe como un sistema de liberación de aromas, debe entenderse que el sistema también se puede emplear para encapsular y liberar otros componentes. Así p.ej., en el sistema aquí descrito se podrían encapsular compuestos nutricionales tales como las vitaminas.

Proceso para producir cápsulas que lleven una composición encapsulada. Un aspecto de la presente invención se refiere a un proceso para producir cápsulas que contengan una composición encapsulada, el cual consiste en

a) preparar

- una primera composición acuosa que comprenda proteínas, y/o péptidos, y/o polisacáridos y/o polifenoles;
- una segunda composición que comprenda esencia de café;

b) emulsionar opcionalmente con una fase acuosa la composición que lleva esencia de café;

c) mezclar la primera composición con la segunda composición a un pH inferior a 7, produciendo una emulsión, de forma preferente una emulsión del tipo aceite-en-agua.

d) concentrar opcionalmente la emulsión;

e) subir el pH hasta 7 o más;

f) secar opcionalmente la emulsión; y

g) elaborar la cápsula de manera que contenga una composición encapsulada.

En el este contexto, la expresión “cápsula que contiene una composición encapsulada” se refiere a una composición que está protegida del ambiente circundante por una membrana. En una forma de ejecución preferida la membrana comprende componentes procedentes de proteínas, péptidos, polisacáridos y/o polifenoles y esencia de café. Por lo tanto se trata de una membrana orgánica degradable de calidad alimentaria.

Debe tenerse en cuenta que la composición que contiene esencia de café también se puede emulsionar primero, mezclándola con una fase acuosa que no comprenda proteínas, péptidos, polisacáridos y/o polifenoles, en la cual se formarán gotitas, y luego se añade una composición adecuada (que contenga proteínas, péptidos, polisacáridos y/o polifenoles) para crear la membrana no solidificada, que luego se consolida a pH 7,0 o superior, tal como plantea la etapa adicional b).

Mediante el proceso según la presente invención se pueden formar distintos tipos de emulsión. En una forma de ejecución preferida la etapa b) da lugar a una emulsión aceite-en-agua. La mezcla de la etapa c) se efectúa a un pH inferior a 7. En una forma de ejecución, la etapa c) se efectúa a un pH comprendido en el intervalo de 5,0-6,4, por ejemplo en el intervalo 5,5-6,2.

La etapa e) se introduce para reforzar/solidificar aún más la membrana resultante, aumentando el pH hasta 7 o por encima. Así, en una forma de ejecución, el pH se incrementa hasta 7 o más, mezclando la emulsión con una tercera composición a pH 7 o superior. En otra forma de ejecución la tercera composición lleva KOH, NaOH y/o tampones de calidad alimentaria. En otra forma más de ejecución la tercera composición comprende leche descremada y/o extracto de café concentrado. En el presente contexto “extracto de café concentrado” o “licor de café concentrado” se refiere a un extracto de café con un contenido de materia seca del 5% o superior, por ejemplo mayor del 25%, mayor del 40%, comprendido en el intervalo del 40-70% o del 50-70%. Asimismo, el pH de un extracto de café concentrado es normalmente superior al de los extractos de café con menor contenido de materia seca, ya que los componentes de carácter ácido son eliminados durante el proceso de concentración (p.ej., por evaporación). Por lo tanto el extracto de café concentrado puede tener un pH comprendido en el intervalo de 6-12. Una ventaja de la concentración es que el extracto de café concentrado tiene menor contenido de componentes ácidos, lo cual, como demuestra p.ej. el ejemplo 12, puede mejorar la formación de la cápsula. Cuando en la etapa e) se utiliza extracto de café para subir el pH por encima de 7, debe entenderse que se usa un extracto de café de pH superior a 7, por ejemplo con un pH comprendido en el intervalo de 8-12. En la sección de ejemplos hay algunos en los cuales se ha probado tanto leche descremada como extracto de café.

El contenido de materia seca del extracto de café concentrado puede variar. En una forma de ejecución el extracto de café concentrado tiene un contenido de materia seca del 5% o superior, por ejemplo mayor del 25%, mayor del 40%, comprendido en el intervalo del 40-70% o del 50-70%.

Según otra forma de ejecución el extracto de café (p.ej. extracto de café concentrado) en la etapa d) se prepara por evaporación o filtración de una parte de un extracto acuoso de café. En otra forma más de ejecución, la etapa d) de concentración se efectúa por fuerzas gravitatorias, p.ej. por decantación o centrifugación.

En otra forma de ejecución la emulsión es monodispersa.

Para mejorar la formación de los aceites encapsulados puede ser conveniente eliminar ciertos componentes de las diferentes composiciones. Así, según una forma de ejecución, la primera y/o la segunda y/o la tercera composición están básica o totalmente libres de compuestos de citrato y/o acéticos. Así, en una forma de ejecución, el contenido en materia seca de citrato en la primera y/o segunda y/o tercera composición está comprendido en el intervalo del 0-1% en peso, por ejemplo en el intervalo del 0-0,5%, por ejemplo del 0,01-0,5%, o en el intervalo del 0,01-0,05%. En otra forma más de ejecución, el contenido total en materia seca de compuestos acéticos en la primera y/o segunda y/o tercera composición está comprendido en el intervalo del 0-1% en peso, por ejemplo en el intervalo del 0-0,5%, por ejemplo del 0,01-0,5%, o en el intervalo del 0,01-0,05%. Tal como se indica en los ejemplos 2 y 11, la presencia de citrato dificulta la formación de la membrana y por tanto puede ser conveniente eliminar, p.ej. el citrato, de las composiciones.

5 En el presente contexto la expresión “contenido de materia seca” se refiere a la proporción en peso de sólidos en una composición. Por tanto “materia seca” es el peso de todos los componentes, excepto el agua. El contenido de materia seca de un componente en una composición se define como el porcentaje del componente respecto al peso total de materia seca de la composición. Por ejemplo, en el presente contexto, el contenido de materia seca de un componente se puede expresar como 40% (p/p), si el 40% del peso de la materia seca está constituido por dicho componente. En el presente contexto debe entenderse que el aceite forma parte del contenido de materia seca.

10 La primera composición lleva proteínas, péptidos, polisacáridos y/o polifenoles que pueden proceder de distintas fuentes. Así, en otra forma de ejecución, la primera composición comprende aislado de proteína de suero de leche (APSL), caseinato, gelatina, ácido clorogénico, componentes de proteínas hidrolizadas, polisacáridos y/o extracto de café. En otra forma de ejecución el extracto de café se elige del grupo formado por café verde, café tostado y/o café torrefacto. En otra más forma de ejecución el extracto de café se obtiene por microfiltración y/o por ultra-filtración.

15 En el presente contexto, el término “extracto de café” o “extracto acuoso de café” se refiere a un extracto obtenido de granos de café. Un extracto se puede obtener filtrando grano de café entero, primero por microfiltración (p.ej. con un filtro de 0,2  $\mu\text{m}$ ) y seguidamente por ultra-filtración (p.ej. con un filtro de 30 kDa). El producto retenido suele tener un contenido de materia seca (p/p) comprendido en el intervalo del 10-40%, y luego se puede diluir o concentrar hasta una concentración apropiada.

20 La resistencia de la membrana se puede controlar a través de los parámetros de los materiales de entrada. Así, en una forma de ejecución, la primera composición acuosa preparada en la etapa c), que contiene proteínas, péptidos, polisacáridos y/o polifenoles, tiene un contenido de materia seca en peso (p/p) comprendido en el intervalo del 0.1-50%, por ejemplo en el intervalo del 0,1-30%, en el intervalo del 0,1-20%, en el intervalo del 0,3-10%, en el intervalo del 0,3-5%, en el intervalo del 1-5%, en el intervalo del 2-5%, en el intervalo del 2-3% o alrededor del 2,5%. Como se demuestra en el ejemplo 4, la resistencia de la membrana se puede controlar variando el contenido de materia seca de p.ej. el extracto de café en la etapa c).

25 En el presente contexto, el término “esencia de café” se refiere a los aceites obtenidos del café. En el ejemplo 1 se describe cómo puede obtenerse esencia de café. Además en el ejemplo 1 se muestra los componentes típicos de la esencia de café.

30 La liberación del aroma de la composición encapsulada se puede mejorar. Así, según una forma de ejecución, la composición que lleva la esencia de café comprende además componentes aromáticos. Cargando/premezclando la esencia de café con componentes aromáticos, antes de formar la composición encapsulada con el contenido de esencia de café, se puede conseguir una mejor y/o mayor liberación de aromas. Como se ha dicho anteriormente, los aromas pueden proceder de granos de café. Así, según una forma de ejecución, los componentes aromáticos comprenden aromas obtenidos de granos de café. En otra forma más de ejecución los componentes aromáticos se obtienen de café verde, café tostado y/o café torrefacto.

35 La proporción de esencia de café en la composición que la contiene también puede influir en la capacidad de controlar la etapa de encapsulación. Así, en una forma de ejecución, la composición preparada en la etapa c) que lleva esencia de café comprende al menos un 5% en peso (p/p) de esencia de café, por ejemplo al menos un 10%, al menos un 20%, al menos un 30%, al menos un 40%, al menos un 60%, al menos un 80%, al menos un 90% o 40 100%. Tal como se demuestra en el ejemplo 9, cuando se usa una fuente de esencia cruda de café se necesita al menos un 40% de esencia de café para iniciar la formación de la cápsula, aunque las cápsulas pueden formarse incluso con una fracción de esencia de café tan baja como del 5%, utilizando otros ajustes experimentales. Cabe señalar que la formación de cápsula no se inició al usar otros tipos de aceites. Por consiguiente la esencia de café lleva componentes necesarios para la formación de la cápsula.

45 También se pueden identificar fracciones de esencia de café capaces de iniciar la etapa de encapsulación. Así, en una forma de ejecución, la esencia de café es una fracción de toda la esencia de café, pero en otra forma de ejecución la esencia de café es una fracción sedimentada de la esencia. Tal como se demuestra en el ejemplo 10 una fracción sedimentada de esencia de café también tiene capacidad de iniciar la encapsulación, mientras que la 50 fracción sobrenadante es menos eficiente (datos no representados). Por tanto los componentes responsables de la formación de la cápsula parecen predominar en la fracción sedimentada.

55 La fracción de esencia sedimentada se puede obtener por varios métodos. En una forma de ejecución el sedimento de la esencia se obtiene centrifugando la esencia cruda de café. Un ejemplo del proceso de centrifugación podría ser a 50.000 g (siendo g la aceleración gravitatoria de la tierra) durante dos horas, para separar el sedimento de la 60 esencia cruda y el sobrenadante. En otra forma de ejecución el proceso incluye la separación de la esencia en un sobrenadante y una fase de sedimento. En otra forma más de ejecución la composición preparada en la etapa c) que lleva esencia de café comprende al menos 0,01% de sedimento de esencia de café, por ejemplo al menos 0,1% de sedimento de esencia de café, por ejemplo al menos 1% en peso de sedimento de esencia de café, por ejemplo 65 en el intervalo del 1-20%, por ejemplo en el intervalo del 1-15%, por ejemplo en el intervalo del 1-10%, por ejemplo en el intervalo del 3-20%, por ejemplo en el intervalo del 5-20%, por ejemplo en el intervalo del 10-20%.

En general debe entenderse que la esencia de café y/o el sedimento de la esencia de café se pueden emplear preferiblemente en el proceso de la presente invención. En otra forma de ejecución la esencia de café se obtiene del grupo constituido por café verde, café tostado, café torrefacto, café verde extraído, café tostado extraído y/o café torrefacto extraído.

En una forma de ejecución específica la etapa de mezclado c) da como resultado una mezcla que tiene un contenido total de materia seca en peso (p/p) de proteínas y/o péptidos y/o polisacáridos y/o polifenoles comprendido en el intervalo del 1-10% y de esencia de café en el intervalo del 3-60% (p/p), por ejemplo de proteínas y/o péptidos y/o polisacáridos y/o polifenoles en el intervalo del 1-5% en total y de esencia de café en el intervalo del 10-60%, por ejemplo de proteínas y/o péptidos y/o polisacáridos y/o polifenoles en el intervalo del 1-5% en total y de esencia de café en el intervalo del 10-50% o por ejemplo de proteínas y/o péptidos y/o polisacáridos y/o polifenoles en el intervalo del 1-5% en total y de esencia de café en el intervalo del 30-50%.

En otra forma de ejecución específica la etapa de mezclado c) produce una mezcla que tiene un contenido total de materia seca en peso (p/p) de proteínas y/o péptidos y/o polisacáridos y/o polifenoles comprendido en el intervalo del 1-10% y de sedimento de esencia de café en el intervalo del 0,1-20% (p/p), por ejemplo de proteínas y/o péptidos y/o polisacáridos y/o polifenoles en el intervalo del 1-5% en total y de sedimento de esencia de café en el intervalo del 1-20%, por ejemplo de proteínas y/o péptidos y/o polisacáridos y/o polifenoles en el intervalo del 1-5% en total y de sedimento de esencia de café en el intervalo del 1-10% o de proteínas y/o péptidos y/o polisacáridos y/o polifenoles en el intervalo del 1-5% en total y de sedimento de esencia de café en el intervalo del 1-5%.

Los surfactantes, definidos aquí como moléculas o partículas que tienen afinidad por las interfases aceite-agua, pueden mejorar la formación de las cápsulas. Así, en una forma de ejecución, la esencia de café esta enriquecida con surfactantes. En otra forma de ejecución los surfactantes se obtienen del café. En otra forma más de ejecución los surfactantes se eligen del grupo constituido por proteínas, polifenoles y/o polisacáridos.

Como se ha mencionado anteriormente, la composición encapsulada puede proceder de café. Así, en una forma de ejecución, el 0,1-100% del contenido de materia seca (p/p) de las cápsulas que llevan una composición encapsulada procede de granos de café, por ejemplo el 1-100%, el 5-100%, el 10-100%, el 25-100%, el 50-100% del contenido de materia seca (p/p) de la cápsula de esencia de café procede de granos de café, por ejemplo el 70-100%, el 80-100%, el 90-100% el 95-100%, el 100%. En otra forma de ejecución el 40-100% de los aceites proceden del café, por ejemplo el 70-100%, el 80-100%, el 90-100% el 95-100%, el 100%. Como se ha mencionado previamente toda la cápsula puede proceder de granos de café.

La mezcla de la etapa c) se puede realizar de distintas maneras. Así, en una forma de ejecución, la mezcla de la etapa c) se efectúa en un dispositivo microfluído paralelado (es decir, que contiene muchas piezas de geometría generadora de emulsión), mediante un dispositivo de emulsión con membrana estática, mediante un dispositivo de emulsión con rotativa o en un clásico sistema de mezclado por cizallamiento o dispositivo del tipo rotor-estator. Se entiende que la denominación "chip microfluído" incluye todos los dispositivos generadores de gotas que tienen una dimensión característica de control del tamaño de gota (tamaño de poro, diámetro de canal) comprendida p.ej. entre 1 micra y 3 milímetros.

Una vez preparada, la composición encapsulada que contiene esencia de café se puede secar. Así, en una forma de ejecución, el secado de la etapa f) se efectúa por liofilización, por pulverización y/o por un proceso convencional de evaporación de agua.

Como también se ha mencionado, en el proceso de la presente invención también se pueden cargar moléculas aromáticas adicionales en la composición que contiene esencia de café o directamente en la esencia de café. Así, en una forma de ejecución, la composición que contiene esencia de café lleva además componentes aromáticos. En otra forma de ejecución los componentes aromáticos proceden del café. En otra forma de ejecución la composición que contiene esencia de café va enriquecida con compuestos nutricionales. En otra forma más de ejecución los compuestos nutricionales se eligen del grupo formado por ácidos grasos poliinsaturados, aceites esenciales, aceite de pescado, ácidos grasos omega-3, ácidos grasos omega-6 y/o vitaminas solubles. También se ha descrito que en el proceso según la presente invención todos los componentes de la cápsula pueden proceder de granos de café, incluyendo tanto los sólidos como los aceites.

La cápsula que contiene una composición encapsulada conforme a la presente invención tiene algunas propiedades peculiares.

En la sección de ejemplos se describen características únicas de las cápsulas según la presente invención.

La cápsula que contiene una composición encapsulada de acuerdo con la presente invención lleva una única encapsulación/membrana que protege contra la liberación temprana de componentes aromáticos. La encapsulación/membrana incluye componentes procedentes tanto de la primera como de la segunda composición. Por lo tanto un

5 aspecto de la presente invención se refiere a una cápsula que comprende  
 – un núcleo constituido por una composición que lleva esencia de café; y  
 – una membrana envolvente del núcleo que comprende componentes de esencia de café y proteínas, péptidos y/o polifenoles.

10 En una forma de ejecución preferida la membrana comprende al menos 1% de componentes de esencia de café y al menos 1% de proteínas, péptidos y/o polifenoles.

La estabilidad de las cápsulas de la presente invención también se puede controlar ajustando las concentraciones de los materiales de partida. Así, según una forma de ejecución, la cápsula tiene mejor estabilidad cuando se agita mecánicamente (p.ej. removiendo) una dispersión de dichas cápsulas. En otra forma de ejecución la cápsula tiene mejor capacidad de deformación bajo tensión mecánica. En otra forma más de ejecución las cápsulas tienen mejor estabilidad a la temperatura. Así, en una forma de ejecución, las cápsulas son estables a temperaturas inferiores a 40°C, por ejemplo inferiores a 50°C, inferiores a 60°C, inferiores a 70°C, inferiores a 80°C. En el presente contexto la expresión "estable a temperaturas inferiores a una temperatura determinada" significa que al menos el 50% de las cápsulas de esencia de café son estables durante al menos 1 minuto a la temperatura especificada. En los ejemplos 2, 4 y 5 se demuestra mediante inspección visual cómo la estabilidad afectada por la agitación y la temperatura se puede controlar/optimizar regulando la concentración de los materiales de partida.

15 Otra característica importante de las cápsulas según la presente invención es que esta membrana no se disuelve en fases acuosas dentro del clásico intervalo de pH de las bebidas de café (pH = 4,0-8,0). Por lo tanto, según una forma de ejecución, las cápsulas de café tienen una mejor estabilidad al pH.

Los tamaños de la cápsula de esencia de café también se pueden regular. Así, según una forma de ejecución, las cápsulas conforme a la presente invención tienen un diámetro comprendido en el intervalo de 1 µm hasta 1 mm, por ejemplo en el intervalo de 1-500 µm, en el intervalo de 1-100 µm, en el intervalo de 1-80 µm, en el intervalo de 1-50 µm, en el intervalo de 10-50 µm o en el intervalo de 10-20 µm.

25 Las cápsulas de esencia de café conforme a la presente invención se pueden incluir en otras composiciones. Así, un aspecto de la presente invención se refiere a una composición que contiene cápsulas según la presente invención.

35 Otro aspecto de la presente invención se refiere a un ingrediente alimenticio que comprende una cápsula conforme a la presente invención. Según una forma de ejecución el ingrediente alimentario se elige del grupo formado por café en polvo, café en polvo liofilizado, bebidas, bebidas de café, agua saborizada, bebidas aromatizadas, helados, sopas y sopas congeladas. En este contexto "ingrediente alimenticio" debe entenderse referido a ingredientes alimenticios/alimentarios tanto para humanos como para animales. Por lo tanto los ingredientes alimenticios según la presente invención se pueden usar tanto en alimentos para humanos como en piensos para animales.

Otro aspecto se refiere a un producto alimenticio que comprende un ingrediente alimenticio conforme a la presente invención. En una forma de ejecución el producto alimenticio se elige del grupo formado por café reconstituido, bebidas listas para tomar, sopas, caldos, comida para mascotas, sopas congeladas y helados.

45 Las composiciones según la presente invención también se pueden utilizar fuera de la industria alimentaria. Así, en una forma de ejecución, la composición es un producto cosmético tal como una loción para la piel.

50 Tal como se demuestra en los ejemplos, la esencia de café es fundamental para la formación de las cápsulas según la presente invención.

Debe tenerse en cuenta que las formas de ejecución y las características descritas en el contexto de uno de los aspectos de la presente invención también son aplicables a los demás aspectos de la misma.

55 Seguidamente la presente invención se describe con más detalles en los siguientes ejemplos no limitativos.

## Ejemplos

### Ejemplo 1

60 Producción de cápsulas que contienen esencia de café

Las cápsulas de esencia de café para la liberación controlada del aroma se pueden elaborar usando un dispositivo microfluído. En la figura 1 se describe un proceso esquemático. Se bombea esencia de café aromatizada y distintos extractos de café (procedentes de granos de café verde, torrefacto o tostado) a un chip microfluído, con lo cual se obtiene una emulsión del tipo aceite-en-agua. Esta etapa de emulsión se efectúa a pH 6 y después se forma una

membrana interfacial añadiendo en línea extracto de café a pH > 7, con lo cual se obtiene una cápsula de esencia de café. Una vez formadas, las cápsulas de esencia de café se concentran y se añaden directamente a extracto de café concentrado (4-25°C). Luego el extracto de café concentrado que contiene la esencia de café se congela hasta -40°C y después se seca (p.ej. mediante un proceso de liofilización).

5

En un ejemplo más detallado, las cápsulas de esencia de café se elaboraron del modo siguiente.

#### Materiales y métodos

En un proceso típico de elaboración de café instantáneo los granos tostados y molidos se tratan con agua a altas presiones y temperaturas para extraer materiales solubles, recuperando simultáneamente aromas condensados. El material residual queda en forma de una suspensión fina que contiene los posos de café gastados insolubles, con un contenido de humedad del 75-80%. Luego la suspensión se deshidrata en una prensa de tornillo hasta formar una torta. El efluente resultante se puede separar por centrifugación en esencia cruda (un 3% del efluente) y en fases acuosas y sólidas. En la tabla 1 se resume la composición típica de la esencia cruda de café. Aquí la mayor parte de las observaciones al microscopio referidas a los ejemplos se hicieron con dispersiones de cápsulas examinadas sobre un portaobjetos de vidrio.

15

Tabla 1

20

Componentes típicos de la esencia de café	Porcentaje en peso
Triacilgliceroles (TAG)	65 – 80
Diacilgliceroles (DAG)	2 – 5
Monoacilgliceroles (MAG)	< 1
Ácidos grasos libres (AGL)	4 – 7
Esteroles	< 1
Ésteres de cafestol y Kahweol	12 – 18
Ésteres de cafestoleno y Kahweoleno	1 – 3
Lípidos complejos	3 – 6
No lípidos	2 – 5
Humedad	0,2 – 2,1

Las esencias de café obtenidas mediante el anterior proceso se pueden utilizar en la presente invención.

25

Las cápsulas de esencia de café procedentes de café verde, tostado o torrefacto y sus productos intermedios fueron elaboradas a partir de soluciones de extracto de café de distintas concentraciones. Las soluciones se prepararon con café en polvo liofilizado.

30

Sobre una base sólida, como p.ej. un vidrio de microscopía, se puede observar que las cápsulas tienen una forma aproximadamente esférica: la esencia de café contenida en la cápsula no entra en contacto directo con la base, porque la membrana de la cápsula lo impide, siempre que la temperatura no se incremente significativamente.

La concentración de materia sólida en la solución final para conseguir una cápsula estable de esencia de café tras el proceso varió en función del material empleado.

35

- Extracto de café verde retenido por UF: 0,3-5%
- Extracto de café tostado retenido por MF: 0,5-2,5%
- Extracto de café torrefacto retenido por UF: 2,5%

No obstante se pueden obtener cápsulas usando concentraciones del 0,1-50% bajo otros ajustes experimentales.

40

El siguiente procedimiento describe la formación de cápsulas de esencia de café elaboradas con extracto de café verde y esencia de café a un pH final de 7.

45

1. Se fraccionó extracto de café verde en una membrana de 0,2 µm. La fracción retenida resultante se filtró con una membrana de 30 kDa y se liofilizó.
2. Se disolvieron 2,5 g de este polvo de café verde en 97,5 g de agua a la temperatura ambiente durante 15 minutos. Se prepararon dos disoluciones: 1) con agua a pH 5,0 aproximadamente; 2) con agua a pH 7,0-8,0 aproximadamente.
3. Se preparó una emulsión acuosa de esencia de café aromatizada, empleando un dispositivo microfluído. Se preparó por ejemplo una emulsión o/w al 5%.
4. Se mezcló solución de café verde a pH 7,0 con la emulsión. Esta mezcla se hizo en línea mediante un flujo de entrada cruzado en el tubo de salida del canal microfluído.
5. La dispersión que contenía las cápsulas de esencia de café se añadió a extracto de café concentrado a 4°C.
6. La mezcla extracto de café concentrado / cápsulas de esencia de café se congeló por debajo de - 50°C.
7. Luego la mezcla congelada de extracto de café concentrado / cápsulas de esencia de café se liofilizó.

50



Dependiendo del ensayo, la dispersión de cápsulas de esencia de café se concentró en línea mediante fuerzas gravitatorias, justo antes de la etapa 4.

Ejemplo 2

5 Optimización del proceso de producción – Ensayo de rotura inducida por temperatura

Métodos

10 Se llevaron a cabo ensayos de rotura de las cápsulas de esencia de café aumentando la temperatura de una celda calefactora montada en un microscopio Leica DMR. El proceso de rotura se grabó con la cámara DC 300F acoplada al microscopio, utilizando la fotografía secuencial con cámara rápida. Las imágenes se tomaron usando los objetivos 5 x o 10 x.

15 Se aplicó el siguiente perfil de calentamiento:

- Calentar a 30°C
- Mantener a 30°C durante 1 minuto
- Calentar a 80°C
- 20 – Mantener a 80°C durante 10 minutos
- Enfriar hasta la temperatura ambiente

25 Se elaboraron cápsulas de esencia de café según el proceso del ejemplo 1 y el café terminado que contenía las cápsulas de esencia se vertió sobre un portaobjetos de vidrio del microscopio. La muestra se introdujo en una celda calefactora unitaria y se aplicó el perfil de temperatura arriba descrito, a la vez que se grababa un video. Al subir la temperatura disminuyen mucho las propiedades mecánicas y de barrera de la membrana de las cápsulas. Cuando se observan las cápsulas en contacto con una pared sólida, tal como una placa de vidrio (p.ej. un portaobjetos de microscopio), y se incrementa la temperatura, puede apreciarse una rotura aparente de las cápsulas que pone el núcleo de esencia en contacto directo con la fase acuosa por rotura de la membrana, mientras que los fragmentos rotos de la membrana quedan adheridos a la interfase aceite-agua. Antes de la rotura la cápsula está claramente separada de la pared sólida por su membrana. Tras la rotura hay contacto directo entre la cápsula de esencia y la pared y entre la esencia y la fase acuosa. La disminución de las propiedades mecánicas de la membrana con el aumento de la temperatura hace que la cápsula se vuelva mucho más deformable y frágil en comparación con las cápsulas a temperatura ambiente. La combinación exacta temperatura-tiempo para la primera rotura de la cápsula y la rotura total de la muestra dependió del material de partida de las cápsulas de esencia de café. La figura 2 muestra ejemplos de estabilidad de las cápsulas:

40 a) extracto de café verde al 2,5% retenido por MF, a pH 9, y esencia de café: las cápsulas empezaron a reventar a 40°C aproximadamente, como puede verse por una ruptura de la membrana de la cápsula con liberación de la esencia (diferencia de contraste en la imagen). Por encima de 50°C la mayoría de cápsulas ya han reventado. Estas cápsulas revelaron una naturaleza frágil y no eran muy estables al calor. En sí el material de la membrana interfacial no era muy sensible a la temperatura, ya que a 70°C aún se podían ver algunos fragmentos sólidos, lo cual demostró que no se disolvía en las fases líquidas.

45 b) extracto de café verde al 2,5% retenido por MF (filtrado 6 veces para eliminar p.ej. el citrato), a pH 6, y esencia de café: se produjeron cápsulas de dos tamaños, con un diámetro medio de 80 µm y 10 µm aproximadamente. Las cápsulas más grandes empezaron a reventar a 80°C/1 minuto y después de 3 minutos habían reventado todas. Por otra parte las cápsulas más pequeñas empezaron a reventar después de 3 minutos a 80°C y 1 minuto más tarde habían reventado todas. Por consiguiente las cápsulas menos deformables y más pequeñas son más estables.

50 Conclusión

55 Dependiendo del proceso exacto de producción el perfil de temperatura de liberación se puede controlar o afirmar para liberar el café encapsulado + los aromas dentro de un intervalo deseado de temperaturas. La eliminación de los compuestos acéticos aumenta la estabilidad térmica. Por tanto una característica de las cápsulas según la presente invención es su elevada resistencia a la tensión mecánica junto con su fragilidad.

Ejemplo 3

60 Optimización del proceso de producción – Eliminación de citrato

65 Se cree que el tampón de citrato puede tener efectos negativos en la formación y en la estabilidad de las cápsulas de esencia de café, como también se ha descrito en el ejemplo 2. Por consiguiente el material de café acuoso se sometió a una etapa de filtración para eliminar el citrato presente en el polvo. Véase también el ejemplo 12.

El citrato se eliminó del extracto de café retenido mediante el siguiente procedimiento:

- 5 1) La unidad de filtración se montó con un filtro de membrana cuyo tamaño de poro era de 0,2  $\mu\text{m}$  (para la microfiltración) o de 30 kDa (para la ultra-filtración) (figura 4).
- 2) Se añadieron 250 g de solución al 2,5% y pH 7 del extracto de café retenido.
- 3) El extracto retenido se filtró hasta 6 veces. El volumen de muestra se redujo cada vez de 250 ml hasta 80 ml (midiendo el volumen permeado) y luego se completó de nuevo hasta 250 ml con  $\text{H}_2\text{O}$ . La presión aplicada fue de 6 bar aproximadamente.
- 10 – Filtro de membrana Tuffryn HT-200 0.2  $\mu\text{m}$  Pall Life Science Ref. N° T81660
- Filtro de membrana Omega 30 kDa 76 mm Pall Life Science Ref. N° 87900A

### Resultados

15 Empleando una composición acuosa que contenía café sin citrato fue posible producir esencias encapsuladas a valores de pH tan bajos como 6. Estas cápsulas de esencia de café también eran de módulo mecánico elevado y no bloquearon la unión microfluida, donde la esencia y la fase acuosa están en contacto. Por consiguiente es posible producir las esencias encapsuladas sin tener que cambiar el pH como se ha descrito en el ejemplo 1. Además, tal como se ha mencionado en el ejemplo 2, se pueden obtener productos más estables si se elimina el citrato.

#### 20 Ejemplo 4

Optimización del proceso de producción – Inspección visual

25 La figura 3 muestra cápsulas de esencia de café producidas mediante el proceso anterior, utilizando café verde al 2,5%. La figura 4 muestra un ejemplo de las cápsulas de esencia de café obtenidas después de las etapas 4 y 5 del proceso. A pH 7 las esencias encapsuladas se formaron incluso con extracto de café verde retenido del 0,1%, pero reventaron muy fácilmente. Tras la producción se observó algo de esencia superficial procedente de las esencias encapsuladas producidas con  $< 0,5\%$  o  $\geq 5\%$  de extracto de café retenido. Además estas esencias encapsuladas parecen tener una superficie menos irregular. Por tanto se prefiere una concentración comprendida en el intervalo del 0,5-5%.

#### Ejemplo 5

35 Optimización del proceso de producción – Prueba de agitación

Se comprobó el efecto de la agitación durante la etapa de incorporación (etapa 5 en el ej. 4) añadiendo la dispersión que contenía esencias encapsuladas (flujo de 0,2 g / min) a 5 ml de extracto de café concentrado (en un vaso de precipitados de 2,4 cm de diámetro). La agitación se realizó a diferentes velocidades de rotación (300-900 RPM) con un agitador magnético de 1,4 cm de longitud. La figura 5 demuestra que las esencias encapsuladas preparadas con extracto de café verde al 2,5% UF fueron las más resistentes, seguidas por las cápsulas de esencia de café hechas con extracto del 1,5%. El aumento de la concentración por encima del 2,5% dio lugar a cápsulas menos resistentes a la tensión mecánica durante la formación. La figura 4 muestra la microestructura de las cápsulas intactas tras la adición al extracto de café concentrado.

#### 45 Ejemplo 6

Optimización del proceso de producción – Proceso de secado

50 La figura 6 muestra un ejemplo de las esencias encapsuladas obtenidas tras la etapa 7 del ejemplo 1 (liofilización). El café en polvo liofilizado que contenía las cápsulas de esencia de café se disolvió con agua sobre un portaobjetos de microscopía a temperatura ambiente y luego se observó utilizando un microscopio óptico. La figura 6 muestra que varias cápsulas de esencia de café permanecían intactas después del proceso de liofilización.

#### 55 Ejemplo 7

Producción de cápsulas de esencia de café verde, tostado y torrefacto – Efecto del pH

60 La figura 7 muestra las fotografías al microscopio de cápsulas de esencia de café producidas con extracto de café verde, tostado o torrefacto a pH 7-9 tras las etapas de proceso 4 y 5 descritas en el ejemplo 1. La concentración de los extractos se fijó al 2,5% (p/p) en todas las muestras. La estabilidad de las cápsulas justo después del proceso también dependió del pH final de la dispersión.

Resultados y conclusión

- 5 – Café verde (pH 7-9): a mayor pH mayor estabilidad de las cápsulas. Para las muestras UF la microestructura a pH 9 revela que estas cápsulas son más robustas/frágiles y menos deformables, es decir más resistentes a la tensión mecánica sin romperse.
- Café tostado y torrefacto (pH 7-9): las cápsulas de esencia de café a pH 7 fueron más estables y más resistentes mecánicamente.

10 Las cápsulas débiles se rompen justo después de la producción (rotura aparente observada en una pared sólida o una vez en contacto con el aire). La estabilidad mecánica de las cápsulas recién producidas se pudo incrementar prolongando el tiempo de contacto entre la membrana en formación, la esencia de café y el extracto de café, antes de cualquier otra etapa (p.ej. de contacto con cualquier otro material distinto del extracto de café, de secado, de concentración, etc.).

15 Ejemplo 8

Producción de cápsulas de esencia de café tostado y torrefacto – Efecto de la concentración. El mejor intervalo de concentración para formar cápsulas de esencia de café a partir de café torrefacto y tostado se valoró a pH 7, porque este fue el valor de pH que dio el mayor número de cápsulas para un extracto de café del 2,5%. Para generar las cápsulas se usó un chip microfluidado.

Resultados y conclusión

25 Extracto intermedio de café tostado (MF): se pudieron formar cápsulas de esencia de café con extracto de café del 2,5%. Sin embargo se observó pérdida de esencia en la superficie de las cápsulas tras la producción.

30 Extracto final de café tostado (UF): al 0,3% no se formó ninguna cápsula. Al 0,5% las cápsulas eran tan frágiles, que al cabo de 15 minutos en un vaso de precipitados hubo alguna pérdida de esencia en la superficie de las cápsulas. Al 5% la pérdida de esencia se observó inmediatamente después de la producción. Las cápsulas formadas con extracto del 2,5% fueron las más estables e incluso se pudieron incorporar a extracto de café concentrado al 50% (figura 7).

35 Extracto intermedio de café torrefacto (MF): al 0,3% no se formaron cápsulas. Al 0,5% las esencias encapsuladas eran monodispersas, pero se observó una gran cantidad de esencia en superficie y tras 10 minutos de permanencia en el vaso de precipitados reventaron casi todas las cápsulas. Sin embargo al 2,5% las cápsulas fueron bastante estables y se pudieron incorporar al extracto de café concentrado del 50% tras algún tiempo de envejecimiento.

40 Extracto final de café torrefacto (UF): al 0,5% no se formaron cápsulas. Al 2,5%, a pesar de recoger directamente las cápsulas de un tubo de retención: se formaron cápsulas bastante débiles, que no aguantaron una agitación suave sin romperse.

Conclusión

45 En general la composición que contiene extracto de café debería tener preferiblemente, durante el proceso, un contenido de materia seca (p/p) del extracto de café comprendido en el intervalo del 0,5-5%, por ejemplo del 1-4%, por ejemplo del 1-3%, del 2-4% o sobre todo alrededor del 2,5%.

50 Ejemplo 9

Demanda de esencia de café para la formación de la membrana

55 La observación visual de formación o no formación de membrana se empleó como método para identificar el tipo de esencias que podían usarse para elaborar las cápsulas de esencia de café. Para ello se formó una gota de distintos tipos de aceites, usando una jeringa en la fase acuosa de extracto retenido de café verde.

60 La primera observación fue que ni los triglicéridos de cadena media (TCM) ni el aceite de girasol formó la membrana interfacial, pero en cambio las esencias de café la formaban claramente. Una observación importante fue que la membrana interfacial se formó con mezclas de esencia de café y TCM o aceite de girasol. La tabla 2 demuestra que al menos es necesario incorporar un 40% de esencia de café a los TCM para formar la membrana interfacial con el uso de parámetros experimentales específicos.

Tabla 2. Formación de membrana interfacial con diferentes mezclas de aceites

% de esencia de café	% de aceite TCM	Membrana*
100	-----	✓
40	60	✓
38	62	X
-----	100	X

## Ejemplo 10

5

## Fraccionamiento de la esencia de café

Las observaciones visuales demostraron que al añadir esencia de café a TCM u otros aceites también se formó la membrana, mientras que los TCM solos no formarían esta membrana (véase el ejemplo 9). La esencia de café se centrifugó para generar dos fracciones distintas de esencia de café. Por tanto se pudo evaluar qué fracción de aceite era rica en los compuestos responsables de la formación de membrana.

10

Los sedimentos de esencia de café o el sobrenadante obtenidos tras la centrifugación se añadieron en distintas proporciones a los TCM. Luego se midió la tensión interfacial agua/aceite de estas mezclas en función del tiempo, tal como está descrito en la figura 8.

15

La figura 8A demuestra que el valor de pH de la fase acuosa no rebaja la tensión interfacial si los TCM se evalúan contrariamente a lo observado con esencia de café pura. Sin embargo la adición de una pequeña proporción de sedimento de esencia a los TCM hace que esta tensión interfacial agua/aceite sea susceptible a la variación de pH (figuras 8B y 8C). Hasta un 5% de sedimentos de esencia, los valores de tensión interfacial a pH 6 no cambiaron en comparación con los TCM puros (figura 8B). Sin embargo a pH 9 el valor de la tensión interfacial disminuyó con el aumento del contenido de sedimento de esencia en los TCM. La adición de 10% de sedimentos de esencia de café a los TCM produjo la misma respuesta interfacial que la esencia de café pura a los valores de pH 6 y 9 (figura 8C). La fracción de esencia de café de menor densidad también contiene cierta cantidad de moléculas tensioactivas, pero en menor concentración que el sedimento de esencia. La adición de una determinada cantidad de la fracción de esencia de café de menor densidad (p.ej. 1% o 5%) a los TCM produce menos impacto en el valor de la tensión interfacial que la misma cantidad de sedimento añadida a los TCM (figura 8D). En suma, los surfactantes reactivos de la esencia de café están concentrados en los sedimentos de esencia de café.

20

25

## Ejemplo 11

## Efecto del citrato en la formación de la cápsula

Tal como se ha expuesto en los ejemplos 2 y 3, el citrato influye en la formación de las cápsulas.

35

Analizando el efecto del citrato en la formación de la membrana (tabla 4), la hipótesis de que el citrato compite por los surfactantes parece pertinente.

40

Tabla 4. Efecto del citrato-Na en la formación de membrana a diferentes valores de pH

Concentración de citrato-Na	pH	Comentarios
Citr. 0,1 M en extracto verde retenido del 2,5%	7	No se forma membrana
Citr. 0,1 M en extracto verde retenido del 2,5%	9	Se forma una membrana muy fina y débil
~0% de citr. en extracto verde retenido del 2,5 (muestra tras filtración 6x)	6	Se forma una membrana muy fuerte y elástica

45

Si se inyecta una gotita de esencia en una solución de extracto de café retenido que lleva citrato-Na 0,1 M a pH 7, la membrana no se forma. Haciendo lo mismo a pH 9 solo se formó una membrana muy fina y débil. Anteriormente, sin el citrato, la membrana se formó a ambos valores de pH, siendo más fuerte en el pH alcalino. A pH 9 sin citrato las reacciones de formación de la membrana son muy rápidas (instantáneas), mientras que a pH 7 la formación es más lenta.

50

El propio extracto de café retenido ya contiene al menos 0,8% de ácido cítrico. Por consiguiente la fase acuosa se filtró seis veces en el laboratorio, con adición intermedia de agua, para rebajar hasta casi el 0,0001% el contenido de citrato en el extracto retenido final. Este nuevo extracto retenido se sometió al ensayo de formación de cápsula. Los resultados indicaron no solo que las cápsulas eran más elásticas (valoración al microscopio), sino que también se podían formar a valores de pH aún más bajos (como mínimo a pH 6), lo cual no fue posible con el uso de extracto de café retenido que contenía citrato (véase también el ejemplo 3).

Ejemplo 12

Proceso para producir aceites encapsulados – requisitos para la fase acuosa

- 5 Con el fin de verificar los requerimientos para producir aceites encapsulados en una emulsión del tipo aceite-en-agua se probaron diferentes composiciones acuosas.

Materiales y métodos

10 La concentración de los ingredientes y el pH de las emulsiones se enumeran a continuación:

- Caseinato-Na: 1% de proteína a pH 7-9
- Aislado de proteína de suero de leche (APSL) desnaturalizada: 2,5% a pH 7-9
- Ácido clorogénico: 1% de polifenol a pH 9
- Goma acacia: 2% de polisacárido a pH 7
- 15 – Proteína de arabinogalactano: 0,5-2% de polisacárido a pH 7-9
- Extracto acuoso de café

Se usó el proceso descrito en el ejemplo 1.

20 Resultados

Los resultados para el caseinato-Na, el aislado de proteína de suero de leche (APSL) y el ácido clorogénico están representados en la figura 9. En la figura 7 se muestran ejemplos de extracto acuoso de café. Por tanto en la figura 9 puede verse que los aceites encapsulados se pueden producir con proteínas o polifenoles en la fase continua (acuosa). Se ha obtenido resultados análogos usando mezclas de polisacáridos y proteínas.

25

Ejemplo 13

Producción de aceite de pescado encapsulado

30

El siguiente procedimiento describe la formación de cápsulas de aceite de pescado.

1. Mezclar 2,5 g de aislado de proteína de suero de leche (APSL) en polvo con 97,5 g de agua a temperatura ambiente durante 15 min.
2. Desnaturalizar la proteína calentando la solución a pH 5,8-7,2 a 80°C/30 min.
- 35 3. Centrifugar la esencia cruda de café a 50.000 x g durante 2 h y separar la fase gelificada (fase inferior).
4. Mezclar el aceite de pescado con la fase gelificada para incorporar un 10% de gel al aceite y agitar durante 20 minutos hasta que el gel esté totalmente dispersado.
5. Preparar una emulsión de mezcla de aceite de pescado en agua mediante un dispositivo microfluído. Para la fase continua se puede usar una solución de APSL desnaturalizada a pH 6,2. Se puede preparar, por ejemplo, una emulsión o/w al 5%.
- 40 6. Añadir la dispersión que contiene las cápsulas a leche descremada a temperatura ambiente.

40

Justo antes de la etapa 6, la dispersión de cápsulas se puede concentrar en línea por fuerzas gravitatorias.

45 La figura 10 muestra las cápsulas formadas antes y después de añadir la leche descremada.

Como parte de la fase dispersa se puede utilizar distintos aceites. No obstante, bajo los parámetros experimentales específicos, es necesario mezclarlos con al menos 1% de sedimento gelificado de esencia cruda de café, tal como se describe en el ejemplo 10.

50

**REIVINDICACIONES**

1. Proceso para producir cápsulas que contengan una composición encapsulada, el cual consiste en
- 5 a) preparar
- una primera composición acuosa que comprenda proteínas, y/o péptidos, y/o polisacáridos y/o polifenoles;
  - una segunda composición que comprenda esencia de café;
- b) emulsionar opcionalmente con una fase acuosa la composición que lleva esencia de café;
- c) mezclar la primera composición con la segunda composición a un pH inferior a 7, produciendo una emulsión;
- 10 d) concentrar opcionalmente la emulsión;
- e) subir el pH hasta 7 o más;
- f) secar opcionalmente la emulsión; y
- g) elaborar la cápsula que contiene una composición encapsulada.
2. Proceso según la reivindicación 1, cuya etapa c) proporciona una emulsión del tipo aceite-en-agua.
- 15 3. Proceso según la reivindicación 1 o 2, cuya etapa c) produce una mezcla que tiene un contenido total de materia seca en peso (p/p) de proteínas y/o péptidos y/o polisacáridos y/o polifenoles comprendido en el intervalo del 1-5% y de esencia de café en el intervalo del 10-60% (p/p).
- 20 4. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, cuya etapa c) se efectúa a un pH comprendido en el intervalo de 4,0-6,5, por ejemplo en el intervalo de 5,0-6,4, por ejemplo en el intervalo de 5,5-6,2.
5. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual la primera y/o la segunda composición está sustancialmente libre de citrato y/o de compuestos acéticos.
- 25 6. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual la primera composición comprende aislado de proteína de suero de leche (APSL), caseinato, gelatina, ácido clorogénico, componentes proteicos hidrolizados, polisacáridos y/o extracto de café.
- 30 7. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual la segunda composición existente en la etapa c) comprende al menos 5% en peso (p/p) de esencia de café, por ejemplo al menos 10%, por ejemplo al menos 20%, por ejemplo al menos 30%, por ejemplo al menos 40%, por ejemplo al menos 60%, por ejemplo al menos 80%, por ejemplo al menos 90% o por ejemplo 100%.
- 35 8. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual el pH durante la etapa e) se eleva hasta 7 o más, mezclando la emulsión con una tercera composición que comprende leche descremada y/o extracto concentrado de café.
9. Cápsula que comprende una composición encapsulada formada por
- 40 – un núcleo constituido por una composición que lleva esencia de café; y
- una membrana envolvente del núcleo que comprende componentes de esencia de café y proteínas, péptidos, polisacáridos y/o polifenoles.
10. Cápsula que comprende una composición encapsulada según la reivindicación 9, la cual tiene un diámetro comprendido en el intervalo de 1  $\mu\text{m}$  a 1 mm, por ejemplo de 1-500  $\mu\text{m}$ , en el intervalo de 1-100  $\mu\text{m}$ , en el intervalo de 1-80  $\mu\text{m}$ , en el intervalo de 1-50  $\mu\text{m}$ , en el intervalo de 10-50  $\mu\text{m}$  o en el intervalo de 10-20  $\mu\text{m}$ .
11. Composición que contiene la cápsula con una composición encapsulada según la reivindicación 9 o 10.
- 50 12. Ingrediente alimenticio que lleva la cápsula con una composición encapsulada según la reivindicación 9 o 10.
13. Producto alimenticio que lleva un ingrediente alimenticio según la reivindicación 12.

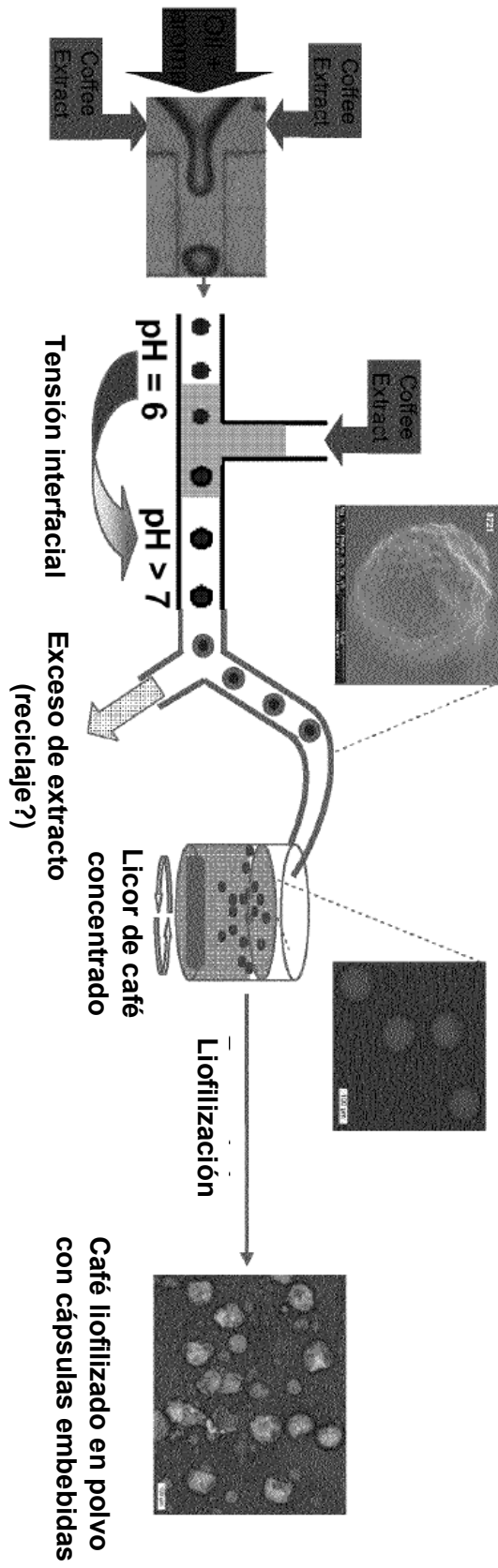
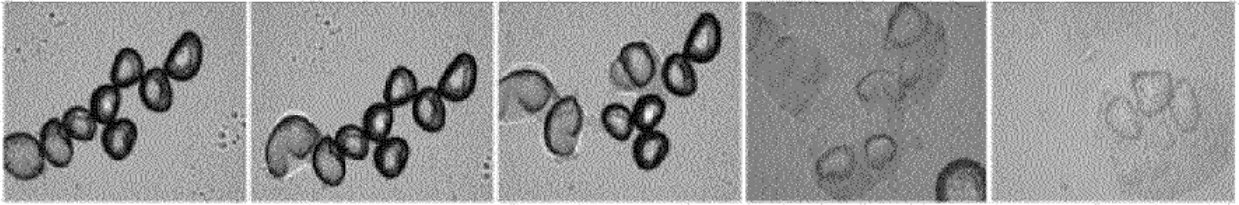
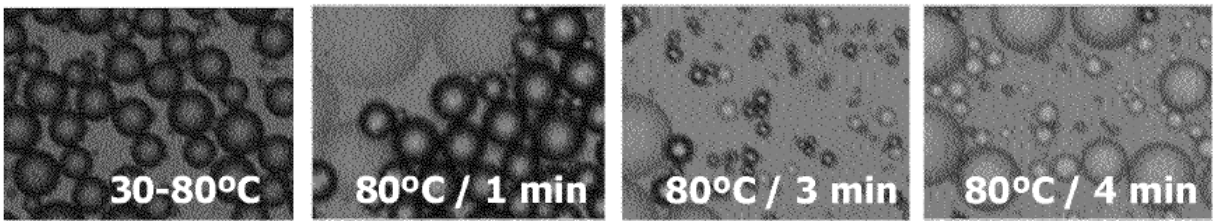


Fig. 1

**A**



**B**



Cápsulas intactas

Inicio de rotura

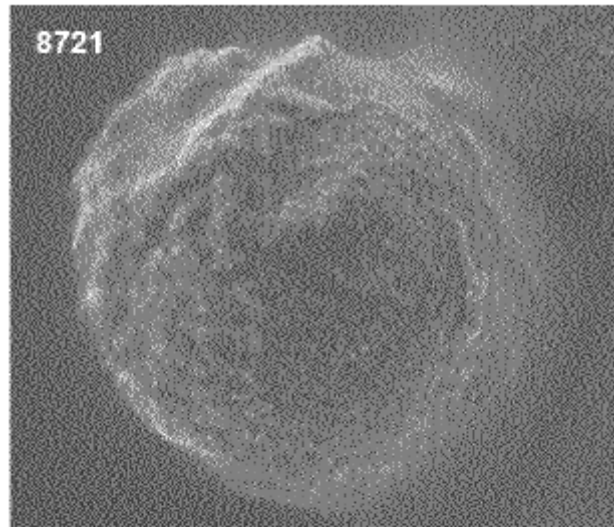
Todas las cáps. de 80 µm rotas  
Cáps. de 10 µm aún intactas

Todas las cáps. rotas

Fig. 2



**A**



**B**

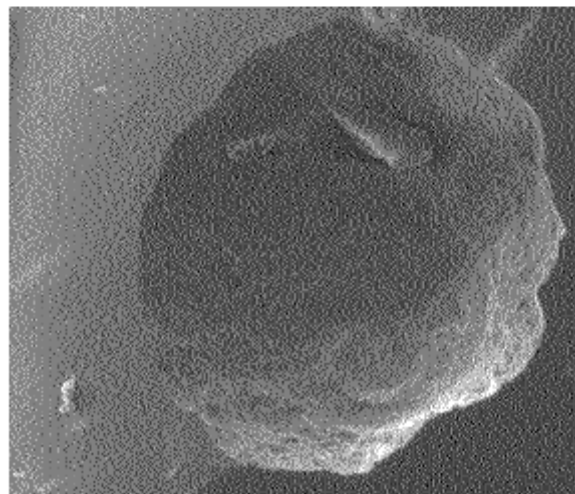


Fig. 3

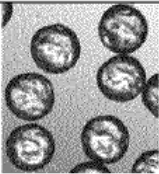
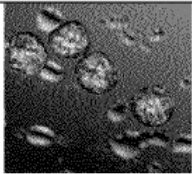
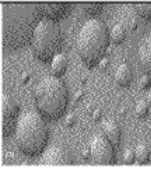
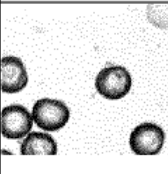
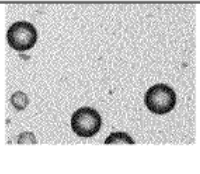
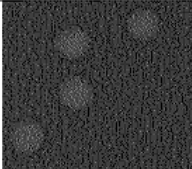
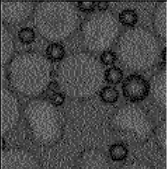
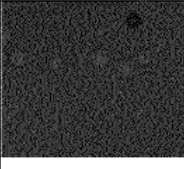
	0.5%	1.5%	2.5%	3.5%	5.0%
Tras la producción					
Cápsulas en el licor concentrado	N/A				N/A

Fig. 4

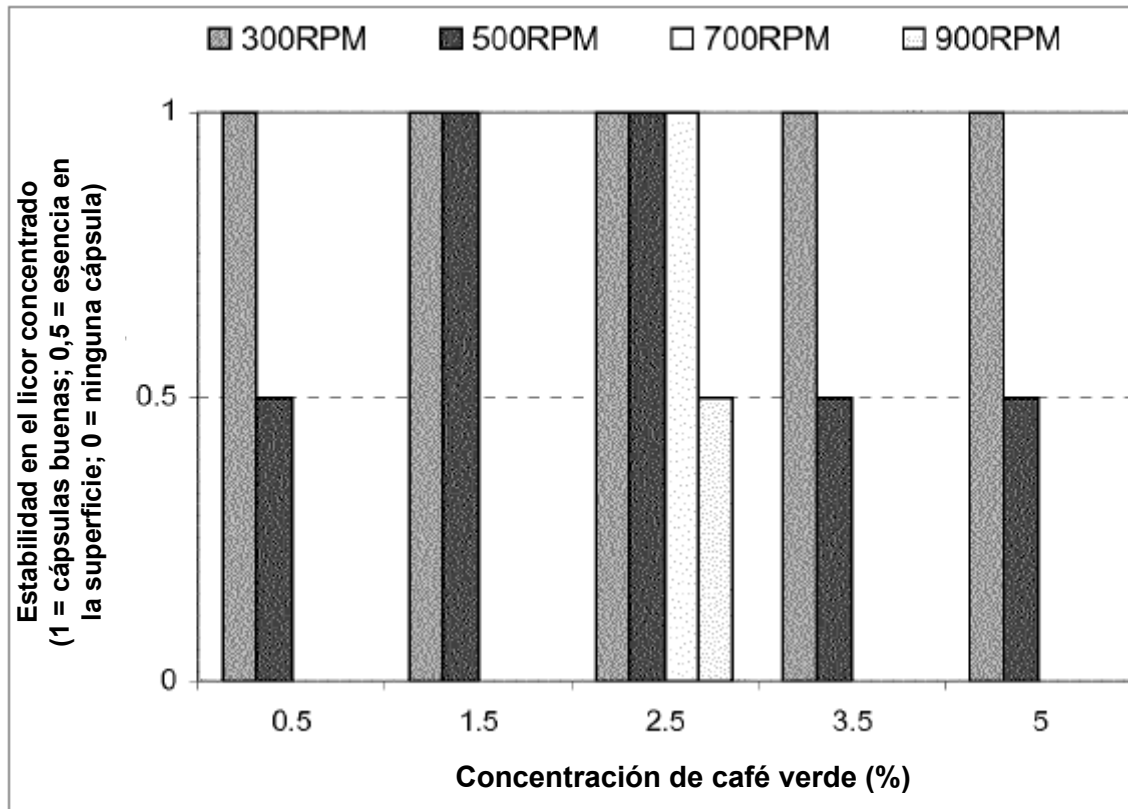


Fig. 5

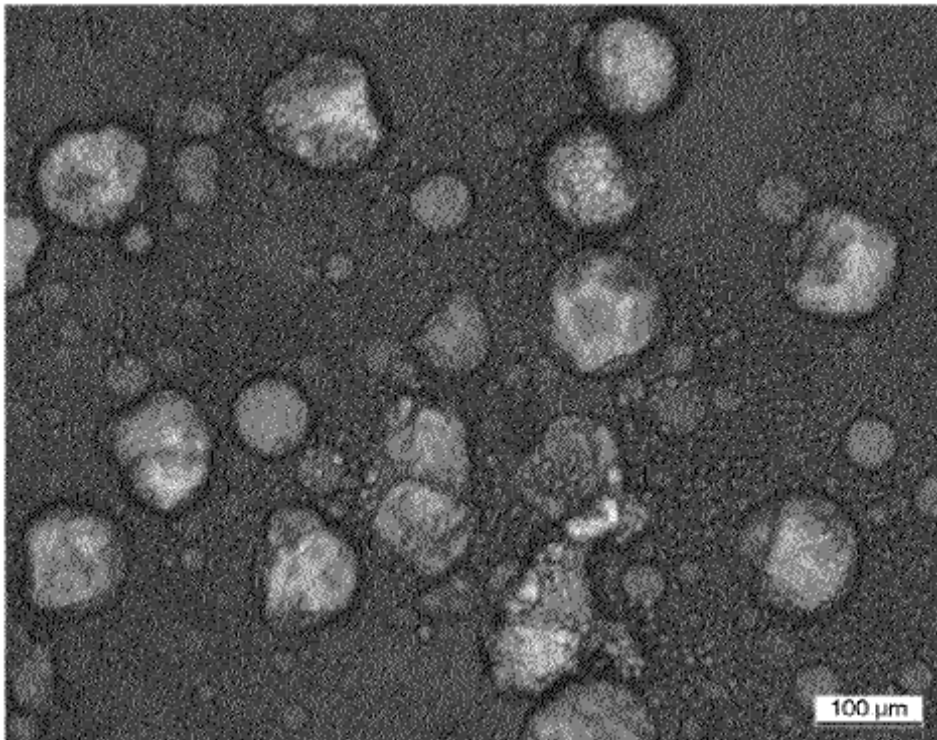


Fig. 6

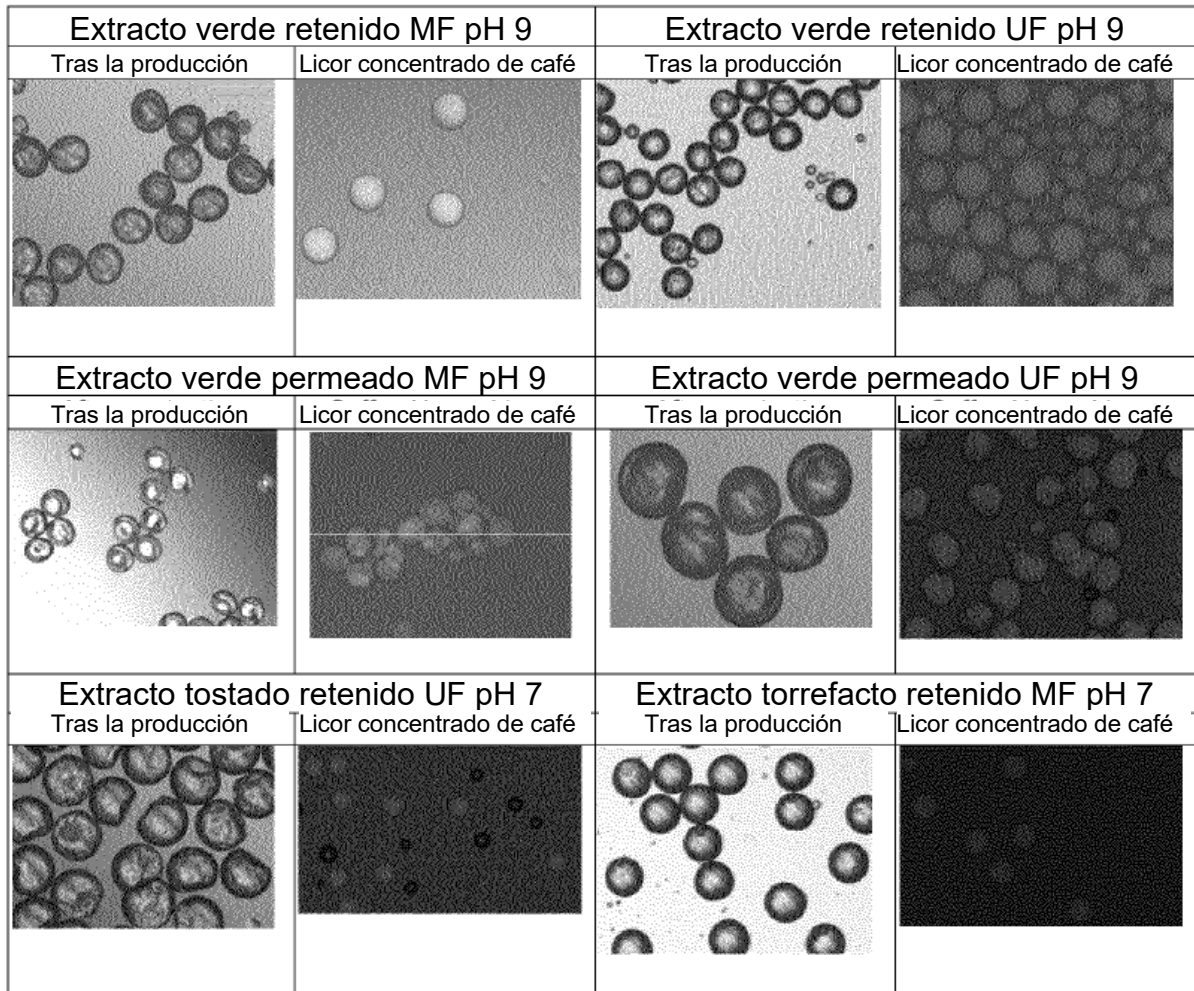


Fig. 7

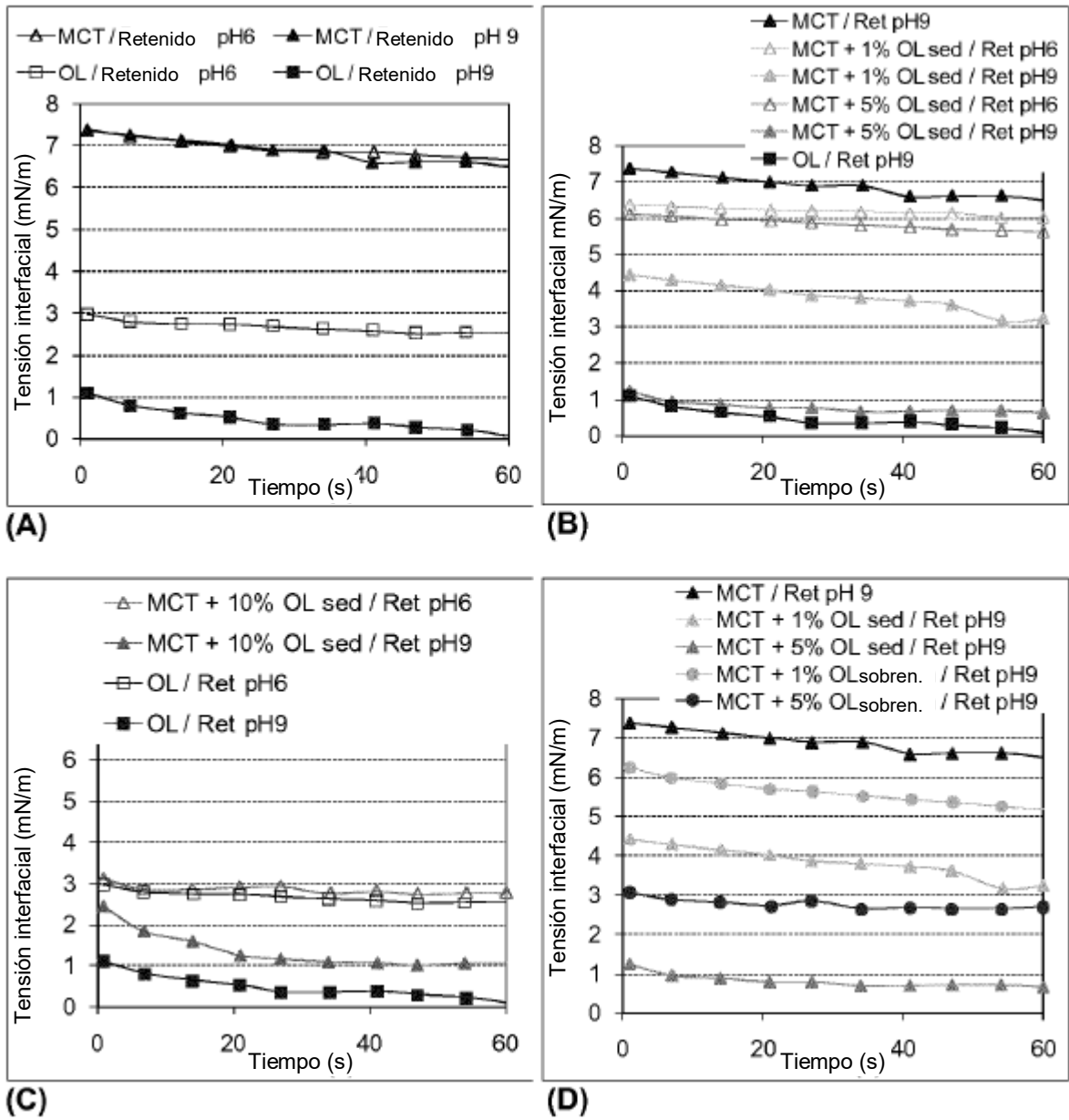


Fig. 8

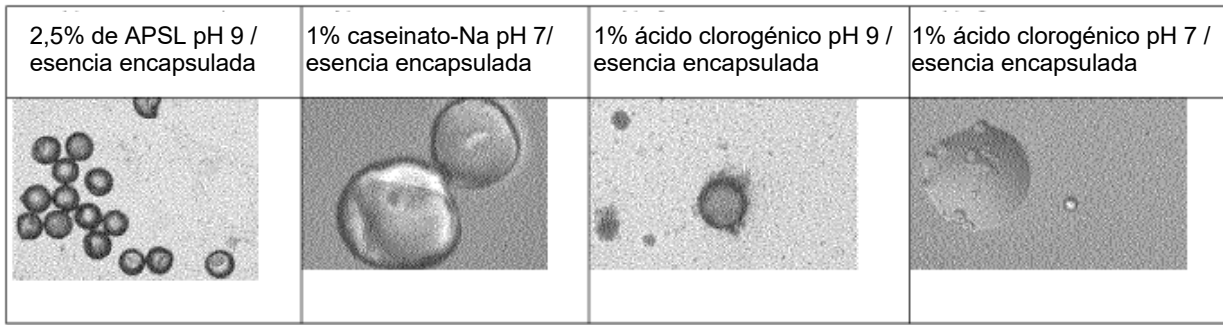


Fig. 9

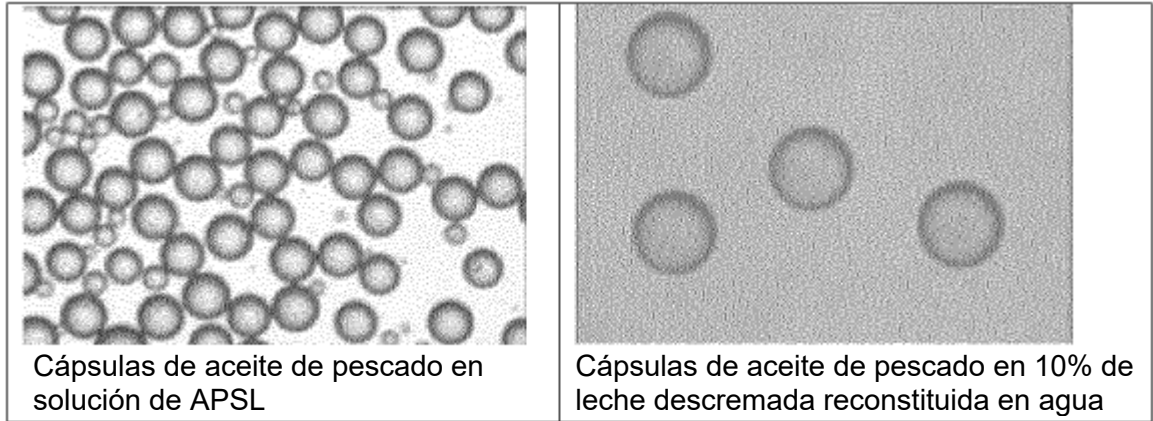


Fig. 10