



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



(1) Número de publicación: 2 625 096

51 Int. Cl.:

A23F 5/46 (2006.01) A23F 5/48 (2006.01) A23L 5/00 (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/EP2014/059621

(87) Fecha y número de publicación internacional: 20.11.2014 WO14184129

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 12.05.2014 E 14723427 (2)

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: 22.03.2017 EP 3001790

54 Título: Cápsulas de aceite de café

(30) Prioridad:

13.05.2013 EP 13167415

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 18.07.2017

(73) Titular/es:

NESTEC S.A. (100.0%) CT-IAM, 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

DESCRIPCIÓN

Cápsulas de aceite de café

5 Campo técnico de la invención

La presente invención se refiere a cápsulas que comprenden aceite de café como sistema de liberación de aroma. En particular, la presente invención se refiere a procedimientos para la producción de dichas cápsulas de aceite de café. La invención se refiere además a ingredientes alimentarios y productos alimentarios que comprenden dichas cápsulas de aceite de café.

Antecedentes de la invención

Los volátiles de aroma del café se liberan muy rápidamente al reconstituir el café soluble puro (CSP) en agua caliente, resultando en una rápida reducción de la percepción de aroma sobre la taza del sabor del café por parte de los consumidores. Un enfoque para el control de la liberación del aroma del café es la adición de sistemas de liberación de aroma durante el procedimiento de producción del café, de manera que se integren en el café en polvo. Un sistema de liberación de aroma puede estar compuesto de gotas de aceite cada una de las cuales se encuentra circundada por una membrana, tal como se da a conocer en el ejemplo de la patente nº EP0008015. Sin embargo, existe una creciente demanda por parte del consumidor de productos de café que estén constituidos por completo de granos de café.

Por lo tanto, un sistema mejorado para la liberación de aromas resultaría ventajoso y en particular un sistema de liberación de aroma más eficiente y/o fiable constituido por completo de materias derivadas del café resultaría ventajoso.

Descripción resumida de la invención

La presente invención se refiere a la formación de cápsulas de aceite de café realizadas en materiales completa o principalmente constituidos de granos de café. De esta manera, un objetivo de la presente invención se refiere a la provisión de composiciones encapsuladas que comprenden aceite de café para la utilización como sistema de liberación de aroma.

En particular, es un objetivo de la presente invención proporcionar un sistema de liberación de aroma que resuelve los problemas anteriormente indicados de la técnica anterior con sistemas de liberación de aroma compuestos por completo de constituyentes del café.

De esta manera, un aspecto de la invención se refiere a un procedimiento para producir una cápsula que comprende aceite de café, comprendiendo el procedimiento:

a) proporcionar

- una o más composiciones acuosas que comprenden extracto de café y
- una composición que comprende aceite de café,
- b) opcionalmente, emulsionar la composición que comprende aceite de café con una fase acuosa, proporcionando una emulsión de aceite en agua,
- c) mezclar una primera composición acuosa que comprende extracto de café con la composición que comprende aceite de café a un pH inferior a 7, proporcionando de esta manera una emulsión de aceite en agua, d) elevar el pH a 7 o superior,
- e) opcionalmente, concentrar la emulsión de aceite en agua,
- f) opcionalmente, mezclar la emulsión de aceite en aqua con extracto de café concentrado,
- g) opcionalmente, secar la emulsión de aceite en aqua, y
- h) proporcionar la cápsula que comprende una composición que comprende aceite de café.

Todavía otro aspecto de la presente invención es proporcionar una cápsula que comprende aceite de café, comprendiendo la cápsula:

- un núcleo de una composición que comprende aceite de café y
- una membrana circundante al núcleo, en la que la membrana comprende constituyentes de aceite de café unidos a constituyentes acuosos del extracto del café.

Todavía otro aspecto de la presente invención es proporcionar una composición que comprende cápsulas de aceite de café según la invención.

2

40

35

10

25

45

50

55

Un aspecto adicional según la presente invención se refiere a una matriz alimentaria o no alimentaria que comprende una cápsula que comprende aceite de café según la presente invención.

5 Un aspecto todavía adicional se refiere a un producto alimentario que comprende un ingrediente o composición alimentario según la invención.

Breve descripción de las figuras

15

40

50

55

60

65

- 10 <u>Figura 1</u>. La figura 1 muestra una vista general esquemática del procedimiento de producción.
 - <u>Figura 2</u>. La figura 2 muestra perfiles de liberación a diferentes temperaturas. A) retenido de MF de extracto de café verde al 2,5% (pH 9) en extracto de café. B) retenido de MF de extracto de café verde al 2,5% lavado 6xUF (pH 6) en café.
 - <u>Figura 3</u>. La figura 3 muestra micrografías de microscopía electrónica de barrido (MEB) de café verde al 2,5% UF. A) Una fotografía de MEB de cápsulas de aceite de café a pH 9. Diámetro de aproximadamente 80 μm. B) Fotografía de crio-MEB de cápsulas a pH 7. Diámetro de aproximadamente 50 μm.
- Figura 4. La figura 4 muestra fotografías de microscopía de cápsulas de aceite de café verde a pH 7, producidas con diferentes concentraciones del extracto (pH final de 7). Línea superior: después de la producción. Línea inferior: en extracto de café concentrado al 50%.
- Figura 5. La figura 5 muestra la estabilidad de las cápsulas de aceite de café verde producidas con diferentes concentraciones del extracto, durante la incorporación en extracto de café concentrado al 50%.
 - <u>Figura 6</u>. La figura 6 muestra cápsulas de aceite de café intactas después de un procedimiento de liofilización en la matriz de café.
- Figura 7. La figura 7 muestra fotografías de microscopía de cápsulas de aceites de café verde, tostado o torrefacto, de pH 7 a 9, producidas con una concentración del extracto de 2,5% tal como se indica en el Ejemplo 1. Las fotografías obtenidas después de la producción y en extracto de café concentrado al 50% (licor concentrado de café). MF: microfiltración y UF: ultrafiltración. Las cápsulas de aceite de café mostradas presentan un diámetro comprendido en el diámetro de 50 a 150 μm.
 - <u>Figura 8</u>. La figura 8 muestra la tensión interfacial entre el retenido de café verde al 2,5% a diferentes valores del pH y triglicéridos de cadena intermedia (TCI) mezclados con surfactantes del aceite de café.
 - Figura 9. La figura 9 muestra cápsulas formadas con una fase acuosa no de café y aceite de café aromatizado.
 - Figura 10. La figura 10 muestra cápsulas de aceite de pescado antes y después de la adición a leche desnatada.

A continuación se describe la presente invención en mayor detalle.

45 Descripción detallada de la invención

Tal como se ha indicado anteriormente, la invención se refiere a procedimientos para producir aceites de café encapsulados, que pueden conferir una liberación controlada/prolongada de aromas. Preferentemente la cápsula entera y su contenido se derivan del café. Aunque en la presente memoria se describe como un sistema para el encapsulado y liberación de aromas, debe entenderse que el sistema también puede utilizarse para el encapsulado y liberación de otros compuestos, por ejemplo compuestos nutricionales, tales como vitaminas.

Procedimiento para la producción de una cápsula que comprende aceite de café. Un aspecto de la presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de una cápsula que comprende aceite de café, comprendiendo el procedimiento:

- a) proporcionar
 - una o más composiciones acuosas que comprenden extracto de café y
- una composición que comprende aceite de café,
- b) opcionalmente, emulsionar la composición que comprende aceite de café con una fase acuosa, proporcionando una emulsión de aceite en agua,
- c) mezclar una primera composición acuosa que comprende extracto de café con la composición que comprende aceite de café a un pH inferior a 7, proporcionando de esta manera una emulsión de aceite en agua, d) elevar el pH a 7 o superior,

- e) opcionalmente, concentrar la emulsión de aceite en agua,
- f) opcionalmente, mezclar la emulsión de aceite en agua con extracto de café concentrado,
- g) opcionalmente, secar la emulsión de aceite en agua, y
- h) proporcionar la cápsula que comprende una composición que comprende aceite de café.

5

10

15

En el presente contexto, la expresión "cápsula que comprende aceite de café" o "cápsula de aceite de café" se refiere a una composición que comprende aceite de café que está protegida del medio circundante por una membrana. En una realización preferente, la membrana comprende constituyentes derivados del extracto (acuoso) del café y aceite de café. De esta manera, la membrana es una membrana de grado alimentario orgánica degradable.

Debe entenderse que el aceite de café también puede emulsionarse en primer lugar mediante la mezcla con una fase acuosa que no comprende extracto de café, en el que se formarán gotas, a continuación se añade extracto de café adecuado para crear una membrana no solidificada, que seguidamente puede solidificarse a un pH de 7,0 o superior. Lo anterior se ilustra mediante la etapa b) opcional.

La mezcla en la etapa c) se lleva a cabo a un pH inferior a 7. En una realización, la etapa c) se lleva a cabo a un pH en el intervalo 4,0-6,5, tal como en el intervalo 5,0-6,4, tal como en el intervalo 5,5-6,2.

La etapa d) se añade para fortalecer/solidificar adicionalmente la membrana formada mediante la elevación del pH a 7 o superior. De esta manera, en una realización, el pH durante la etapa d) se eleva a 7 o superior mediante la adición de una segunda composición acuosa que comprende extracto de café. Mediante la utilización de extracto de café para elevar el pH se garantiza que todos los componentes utilizados para elevar el pH se derivan enteramente de constituyentes del café.

25

30

35

60

65

En el presente contexto, la expresión "extracto del café" o "extracto acuoso del café" se refiere a un extracto obtenido de granos de café. Un extracto puede obtenerse mediante filtración de un extracto de granos de café enteros mediante, en primer lugar, una microfiltración (por ejemplo un filtro de 0,2 μm) y posteriormente la filtración del retenido mediante ultrafiltración (por ejemplo un filtro de 30 kDa). El retenido obtenido normalmente presenta un contenido de materia seca (p/p) en el intervalo 10-40%, que seguidamente puede diluirse o concentrarse a una concentración apropiada.

En general, el extracto de café puede ser una mezcla de extractos para optimizar la composición de sabor. Sin embargo, también puede resultar deseable llevar a cabo el procedimiento completo con extractos obtenidos de la misma fuente. De esta manera, en una realización, la primera y la segunda composiciones acuosas que comprende el extracto de café se obtienen de la misma fuente.

Con el fin de mejorar la formación de los aceites encapsulados, puede resultar ventajoso eliminar determinados componentes del extracto de café. De esta manera, en una realización, las composiciones acuosas que comprenden extracto de café se encuentran sustancialmente libres o libres de compuestos de citrato y/o acéticos. De esta manera, en una realización, el contenido de materia seca de citrato se encuentra comprendido en el intervalo 0,001-1% en peso, tal como en el intervalo 0,01-0,5%, tal como en el intervalo 0,01-0,05%. En todavía otra realización, el contenido de materia seca agrupado de compuestos acéticos se encuentra comprendido en el intervalo 0-1% en peso, tal como en el intervalo 0-0,5%, tal como en el intervalo 0,01-0,5%, o tal como en el intervalo 0,01-0,05%. Tal como se muestra en los ejemplos 2 y 11, la presencia de citrato perjudica la formación de membranas y puede, por lo tanto, resultar ventajoso eliminar, por ejemplo, el citrato del extracto de café.

En el presente contexto, la expresión "contenido de materia seca" se refiere a la cantidad en peso de sólidos en una composición. De esta manera, "materia seca" es peso de los constituyentes excluyendo el agua. El contenido de materia seca de un componente en una composición se describe como el porcentaje del componente respecto al peso total de materia seca en la composición. De esta manera, en el presente contexto, el contenido de materia seca de un componente puede describirse como 40% (p/p) en el caso de que el 40% del peso de la materia seca esté constituido del componente específico. En el presente contexto debe entenderse que el aceite es parte del contenido de materia seca.

El extracto de café puede obtenerse de diferentes tipos de café para optimizar la composición de sabor. De esta manera, en una realización, el extracto acuoso de café se proporciona del grupo que consiste de café verde, café tostado y/o café torrefacto. El extracto de café puede obtenerse mediante diferentes etapas de filtración. De esta manera, en una realización, el extracto acuoso de café se obtiene mediante microfiltración y/o ultrafiltración.

Podría resultar posible controlar la resistencia de la membrana mediante el control de los parámetros del material inicial. De esta manera, en una realización, la composición acuosa que comprende extracto de café proporcionada en la etapa c) presenta un contenido de materia seca en peso (p) de extracto de café comprendido en el intervalo 0,1-50%, tal como en el intervalo 0,1-20%, tal como en el intervalo 0,3-10%, tal como en el intervalo 0,3-5%, tal como en el intervalo 2-5%, tal como en el intervalo 2-5%, tal como en el intervalo 2-

3% o tal como de aproximadamente 2,5%. Tal como se muestra en el Ejemplo 4, la resistencia de la membrana puede controlarse modificando el contenido de materia seca del extracto de café en la etapa c).

En el presente contexto, la expresión "aceite de café" se refiere a aceites obtenidos del café. El Ejemplo 1 describe cómo puede obtenerse aceite de café. El Ejemplo 1 muestra además los componentes típicos del aceite de café entero.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

65

Puede resultar posible mejorar la liberación de aroma a partir del café encapsulado. De esta manera, en una realización, la composición que comprende el aceite de café comprende además constituyentes de aroma. Mediante la carga/premezcla del aceite de café con constituyentes de aroma antes de formar la composición encapsulada que comprende aceite de café, puede producirse una liberación de aroma mejorada y/o incrementada. Tal como se ha indicado anteriormente, los aromas preferentemente deberían obtenerse de granos de café. De esta manera, en una realización, los constituyentes de aroma comprenden aromas de café obtenidos de granos de café. En todavía otra realización, los constituyentes de aroma de café se obtienen de café verde, café tostado y/o café torrefacto.

La cantidad de aceite de café en la composición que comprende aceite de café también puede influir sobre la capacidad de controlar la etapa de encapsulado. De esta manera, en una realización, la composición que comprende aceite de café proporcionada en la etapa c) comprende por lo menos 5% en peso (p/p) de aceite de café, tal como por lo menos 10%, tal como por lo menos 20%, tal como por lo menos 30%, tal como por lo menos 40%, tal como por lo menos 60%, tal como por lo menos 80%, tal como por lo menos 90% o tal como 100%. Tal como se muestra en el Ejemplo 9, al utilizar una fuente de aceite de café en bruto, se requiere por lo menos 40% de aceite de café para iniciar la formación de cápsulas; sin embargo, las cápsulas pueden formarse incluso con una fracción de aceite de café de tan sólo 5%. Se observó que la formación de cápsulas no se iniciaba al utilizar otros tipos de aceite. De esta manera, el aceite de café comprende constituyentes necesarios para la formación de cápsulas.

Puede resultar posible identificar fracciones de aceite de café capaces de iniciar la etapa de encapsulado. De esta manera, en una realización, el aceite de café es una fracción de aceite de café entero. En todavía otra realización, la fracción de aceite de café es una fracción de sedimento de aceite. Tal como se muestra en el Ejemplo 10, una fracción de sedimento de aceite de café también es capaz de iniciar el encapsulado, mientras que la fracción sobrenadante resultó menos eficiente (datos no mostrados). De esta manera, los constituyentes responsables de la formación de cápsula aparentemente se encuentran presentes dominantemente en la fracción de sedimento.

La fracción de sedimento de aceite puede obtenerse mediante métodos diferentes. En una realización, el sedimento de aceite se obtiene mediante centrifugación del aceite de café en bruto. A título de ejemplo, un procedimiento de centrifugación podrían ser 50.000 g (siendo 'g' la aceleración de la gravedad terrestre) durante dos horas para separar el sedimento de aceite en bruto y el sobrenadante. En todavía otra realización, el procedimiento incluye separar el aceite en un sobrenadante y una fase de sedimento. En todavía otra realización, la composición que comprende aceite de café proporcionada en la etapa c) comprende por lo menos 0,01% de sedimento de aceite de café, tal como por lo menos 0,1% de sedimento de aceite de café, tal como por lo menos 1% en peso de sedimento de aceite de café, tal como en el intervalo 1-20%, tal como en el intervalo 1-15%, tal como en el intervalo 1-10%, tal como en el intervalo 3-20%, tal como en el intervalo 10-20%.

Globalmente debe entenderse que el aceite de café y/o el sedimento de aceite de café pueden utilizarse preferentemente en el procedimiento según la invención.

En todavía otra realización, el aceite de café se obtiene del grupo que consiste de café verde, café tostado, café torrefacto, café verde extraído, café tostado extractado y/o café torrefacto extractado.

En una realización específica, la etapa de mezcla c) resulta en una mezcla que presenta un contenido de materia seca en peso (p/p) de extracto de café comprendido en el intervalo 1-10% y de aceite de café comprendido en el intervalo 3-60% (p/p), tal como de extracto de café en el intervalo 1-5% y de aceite de café del orden de 5% (p/p), tal como de extracto de café en el intervalo 10-60%, o tal como de extracto de café en el intervalo 10-50%.

En otra realización específica, la etapa de mezcla c) resulta en una mezcla que presenta un contenido de materia seca en peso (p/p) de extracto de café comprendido en el intervalo 1-10% y de sedimento de aceite de café comprendido en el intervalo 0,1-20% (p/p), tal como de extracto de café en el intervalo 1-5% y de aceite de café en el intervalo 1-20% (p/p), tal como de extracto de café en el intervalo 1-5% y de aceite de café en el intervalo 1-10%, o tal como de extracto de café en el intervalo 1-5% y de aceite de café en el intervalo 1-5% (p/p).

Los surfactantes, definidos en la presente memoria como moléculas o partículas que presentan una afinidad para interfaces aceite-agua, pueden mejorar la formación de las cápsulas. De esta manera, en una realización, el aceite de café se enrique en surfactantes. En todavía otra realización, los surfactantes se obtienen del café. En todavía otra realización, los surfactantes se seleccionan de entre el grupo que consiste de proteínas y/o polifenoles y/o polisacáridos.

En el presente contexto, "extracto de café concentrado" o "licor concentrado de café" se refiere a un extracto de café con un contenido de materia seca de 5% o superior, tal como superior a 25%, tal como superior a 40%, tal como comprendido en el intervalo 40-70% o tal como de 50-70%. Además, el pH del extracto de café concentrado normalmente es superior que en extractos de café con un contenido de materia seca inferior debido a que los componentes ácidos son eliminados durante el procedimiento de concentración (por ejemplo evaporación). De esta manera, el extracto de café concentrado puede presentar un pH comprendido en el intervalo 6-12. Una ventaja de la concentración es que el extracto de café concentrado presenta un contenido más bajo de compuestos ácidos que, tal como se muestra en, por ejemplo, el Ejemplo 11, puede mejorar la formación de cápsulas. En el caso de que se utilice extracto de café en la etapa d) para elevar el pH a un valor superior a 7, debe entenderse que se utiliza un extracto de café con un pH superior a 7, tal como un pH comprendido en el intervalo 8-12. El pH puede reducirse tras la formación de las cápsulas para la utilización de las cápsulas de acuerdo con aplicaciones específicas. El intervalo objetivo preferente del pH final es de 5,0 a 8,0.

El contenido de materia seca del extracto de café concentrado puede variar. En una realización, el extracto de café concentrado presenta un contenido de materia seca de 5% o superior, tal como superior a 25%, tal como superior a 40%, tal como comprendido en el intervalo 40-70% o tal como de 50-70%.

En todavía otra realización, el extracto de café (por ejemplo extracto de café concentrado) en la etapa f) se proporciona mediante evaporación o filtración de parte de un extracto acuoso de café. En una realización adicional, la etapa de concentración e) se lleva a cabo mediante fuerzas gravitacionales, tal como mediante centrifugación, por ejemplo decantación o centrifugación.

En una realización adicional, la emulsión es monodispersa.

25

5

10

30

50

55

Tal como se ha indicado anteriormente, la composición encapsulada preferentemente se deriva de café. De esta manera, en una realización, 0,1% a 100% del contenido de materia seca (p/p) de las cápsulas de aceite de café se deriva de granos de café, tal como 1% a 100%, tal como 5% a 100%, tal como 10% a 100%, tal como 25% a 100%, tal como 50% a 100% del contenido de materia seca (p/p) de las cápsulas de aceite de café se deriva de granos de café, tal como 70% a 100%, tal como 80% a 100%, tal como 90% a 100%, tal como 95% a 100%, tal como 100%. En una realización adicional, 40% a 100% de los aceites se derivan de café, tal como 70% a 100%, tal como 80% a 100%, tal como 90% a 100%. Tal como se ha indicado anteriormente, preferentemente las cápsulas completas se derivan de granos de café.

La mezcla en la etapa c) puede llevarse a cabo mediante diferentes medios. De esta manera, en una realización, la mezcla en la etapa c) se lleva a cabo en un dispositivo de microfluidos, mediante un dispositivo de microfluidos paralelizado (es decir, que contiene muchas piezas de geometría generadora de emulsión), mediante una dispositivo de emulsificación de membrana estática, mediante un dispositivo de emulsificación de membrana giratoria o en un sistema mezclador de cizalla clásico o un dispositivo de tipo rotor-estator. Mediante la denominación "chip de microfluidos" se pretende incluir todos los dispositivos generadores de gota, con una dimensión característica que controla el tamaño de gota (tamaño de poro, diámetro del canal) comprendida entre, por ejemplo, 1 micrómetro y 2 milímetros.

La composición encapsulada proporcionada que comprende aceite de café posteriormente puede secarse. De esta manera, en una realización, el secado en la etapa g) se lleva a cabo mediante liofilización, pulverización y/o un procedimiento convencional de evaporación del aqua.

Las cápsulas de aceite de café (cápsulas que comprenden aceite de café) según la presente invención presenta algunas propiedades diferentes. En la sección de ejemplo, se describen características únicas de las cápsulas según la invención.

Cápsulas que comprenden aceite de café. Las cápsulas que comprenden aceite de café (cápsulas de aceite de café) comprenden una membrana de encapsulado única que las protege frente a la liberación temprana de los constituyentes de aroma. La membrana de encapsulado comprende componentes derivados tanto de la composición acuosa como de la composición de aceite. De esta manera, un aspecto de la presente invención se refiere a una cápsula que comprende aceite de café, comprendiendo la cápsula:

- un núcleo de una composición que comprende aceite de café y
- una membrana circundante al núcleo, en la que la membrana comprende constituyentes de aceite de café y
 constituyentes acuosos del extracto de café.

En una realización preferente, la membrana comprende por lo menos 1% de constituyentes de aceite de café y por lo menos 1% de constituyentes acuosos del extracto de café.

65 Los constituyentes derivados del extracto acuoso del café pueden comprender diferentes constituyentes. De esta

manera, en una realización, el extracto acuoso del café se selecciona de entre el grupo que consiste de proteínas, péptidos y/o polifenoles de un extracto acuoso del café. El Ejemplo 12 muestra la formación de cápsulas utilizando diferentes componentes del extracto del café.

- Tal como también se ha indicado para el procedimiento de la invención, pueden cargarse moléculas de aroma adicionales en la composición que comprende aceite de café o directamente en el aceite de café. De esta manera, en una realización, la composición que comprende aceite de café comprende además constituyentes de aroma. En todavía otra realización, los constituyentes de aroma se derivan de café. En otra realización, la composición que comprende aceite de café se enriquece en compuestos nutricionales. En todavía otra realización, los compuestos nutricionales se seleccionan de entre el grupo que consiste de ácido graso poliinsaturado, aceites esenciales, aceite de pescado, ácidos grasos omega-3, ácidos grasos omega-6 y/o vitaminas liposolubles. Tal como también se describe para el procedimiento según la presente invención, todos los constituyentes de la cápsula pueden derivarse de granos de café. Ello incluye tanto los sólidos como los aceites.
- La estabilidad de las cápsulas de aceite según la presente invención también puede controlarse mediante el ajuste de las concentraciones de los materiales iniciales. De esta manera, en una realización, la cápsula presenta una estabilidad mejorada bajo agitación mecánica (por ejemplo mediante mezcla) de una dispersión de las mismas cápsulas. En otra realización, la cápsula presenta una deformabilidad mejorada bajo estrés inducido mecánicamente. En todavía otra realización, las cápsulas presentan una estabilidad mejorada frente a la temperatura. De esta manera, en una realización, las cápsulas son estables a temperaturas inferiores a 40°c, tal como inferiores a 50°C, tal como inferiores a 60°C, tal como inferiores a 70°C, tal como inferiores a 80°C. En el presente contexto, la expresión "que son estables a temperaturas inferiores a determinada temperatura" debe entenderse como que por lo menos 50% de las cápsulas de aceite son estables durante por lo menos 1 minuto a la temperatura especificada. En los Ejemplos 2, 4 y 5 se muestra cómo la estabilidad afectada por la agitación, la temperatura y la inspección visual puede controlarse/optimizarse mediante el control de la concentración de los materiales de entrada.

Una característica importante de las cápsulas según la presente invención es que dicha membrana no se disuelve en fases acuosas en el intervalo de pH clásico de las bebidas de café (pH de 4,0 a 8,0). De esta manera, en una realización, las cápsulas de café presentan una estabilidad mejorada frente al pH.

Los tamaños de las cápsulas que comprenden aceite de café también pueden controlarse. De esta manera, en una realización, las cápsulas según la invención presentan un diámetro comprendido en el intervalo de 1 μ m a 1 mm, tal como en el intervalo de 1 a 500 μ m, tal como en el intervalo de 1 a 80 μ m, tal como en el intervalo de 1 a 50 μ m, tal como en el intervalo de 10 a 50 μ m o tal como en el intervalo de 10 a 20 μ m.

Las cápsulas de aceite de café según la presente invención pueden incluirse en otras composiciones. De esta manera, un aspecto de la presente invención se refiere a una composición que comprende cápsulas de aceite de café según la invención.

Un aspecto adicional según la presente invención se refiere a un ingrediente alimentario que comprende una cápsula que comprende aceite de café según la presente invención. En una realización, el ingrediente alimentario se selecciona de entre el grupo que consiste de café en polvo, café en polvo liofilizado, bebidas, bebidas de café, agua aromatizada, bebidas aromatizadas, helado, sopa y sopa congelada. En el presente contexto, "ingrediente alimentario" debe entenderse como relacionado con ingredientes alimentarios/piensos tanto humanos como animales. De esta manera, los ingredientes alimentarios según la invención pueden encontrar utilidad en alimentos/piensos tanto humanos como animales.

Todavía otro aspecto se refiere a un producto alimentario que comprende un ingrediente alimentario según la invención. En una realización, el producto alimentario se selecciona de entre el grupo que consiste de café reconstituido, bebidas listas para beber, sopas, caldos, alimentos para animales de compañías, sopas congeladas y helados.

Las composiciones según la invención también pueden encontrar utilidad fuera de la industria alimentaria. De esta manera, en una realización, la composición es un cosmético, tal como una loción para la piel.

En un aspecto adicional, la invención se refiere a la utilización de una composición que comprende aceite de café o derivados del mismo para la producción de cápsulas que comprenden aceite de café. Tal como se muestra en los ejemplos, el aceite de café resulta esencial para la formación de las cápsulas según la invención.

Debe indicarse que las realizaciones y características indicadas en el contexto de uno de los aspectos de la presente invención también se aplican a los demás aspectos de la invención.

A continuación se describe la presente invención en mayor detalle en los ejemplos no limitativos siguientes.

65

60

55

30

35

40

Ejemplos

Ejemplo 1

5

10

15

25

30

40

45

50

Producción de cápsulas que comprenden aceite de café.

Las cápsulas de aceite de café para la liberación controlada de aroma pueden producirse mediante la utilización de un dispositivo de microfluidos. El procedimiento esquemático se describe en la figura 1. Se bombeó aceite de café aromatizado y diferentes extractos de café (granos verdes, torrefactos o tostados) en un chip de microfluidos, resultando en una emulsión de aceite en agua. Dicha etapa de emulsificación se llevó a cabo a pH 6 y se formó posteriormente una membrana interfacial mediante la adición dentro de la línea de extracto de café a pH>7, resultando en una cápsula de aceite de café. La cápsula de aceite de café formada se concentró y se añadió directamente a extracto concentrado de café (4°C a 25°C). A continuación, las cápsulas de aceite de café que contenían extracto concentrado de café se congelaron a -40°C y después se secaron (por ejemplo mediante un procedimiento de liofilización).

En un ejemplo más detallado, las cápsulas de aceite de café se produjeron de la manera siguiente.

20 <u>Materiales y métodos</u>

En un procedimiento de preparación típico de café instantáneo, se trataron granos molidos torrefactos con agua a presión y temperatura elevadas con el fin de extraer las materias solubles, con recuperación simultánea de los condensados de sabor. El material de desecho queda en forma de suspensión que contiene los posos de café insolubles con un contenido de humedad de entre 75% y 80%. A continuación, la suspensión se deshidrata formando una torta utilizando prensas de tornillo. El efluente resultante puede separarse en un aceite en bruto (3% por cada efluente), y fases acuosa y sólida mediante centrifugación. La composición típica del aceite de café en bruto se resume en la Tabla 1. La mayoría de las observaciones de microscopía en la presente memoria a las que se hace referencia posteriormente en los ejemplos se realizaron con dispersiones de cápsulas observadas sobre un portaobjetos de vidrio de microscopía.

Constituventes típicos del aceite de café Porcentaie en peso Triacilgliceroles (TAG) 65 - 80 Diacilgliceroles (DAG) 2 - 5 Monoacilgliceroles (MAG) < 1 Ácidos grasos libres (AGL) 4 - 7 Esteroles < 1 12 - 18 Ésteres de cafestol y de kahweol Ésteres de cafestoleno y de kahweoleno 1 - 3 3 - 6 Lípidos complejos 2 - 5 No lípidos Humedad 0,2 - 2,1

Tabla 1. Compuestos típicos del aceite de café

Los aceites de café obtenidos mediante el procedimiento anteriormente indicado pueden utilizarse en la presente invención.

Las cápsulas de aceite de café derivadas de café verde, tostado o torrefacto e intermediarios del mismo se produjeron a partir de concentraciones diferentes de solución de extracto del café. Las soluciones se prepararon a partir de café en polvo liofilizado.

Pueden observarse las cápsulas con una forma aproximadamente esférica sobre un sustrato sólido, por ejemplo un sustrato de vidrio para microscopía: el aceite contenido en la cápsula no entra en contacto directo con el sustrato, debido a que la membrana de las cápsulas lo imposibilita si la temperatura no se eleva significativamente.

La concentración del material sólido en la solución final para conseguir cápsulas estables de aceite de café tras el procedimiento variaba según el material utilizado.

• Retenido de UF del café verde: de 0,3% a 5%

• Retenido de MF del café tostado: 0,5-2,5%

• Retenido de UF del café torrefacto: 2,5%

Sin embargo, puede resultar posible obtener cápsulas utilizando 0,1% a 50% bajo otras condiciones experimentales. El procedimiento siguiente describe la formación de cápsulas de aceite de café realizadas en extracto de café verde y aceite de café con un pH final de 7.

- 5 1. Se fraccionó el extracto de café verde con una membrana de 0,2 µm. El retenido obtenido se filtró con una membrana de 30 kDa y se liofilizó.
 - 2. Se disolvieron 2,5 g de dicho café verde en polvo en 97,5 g de agua a temperatura ambiente durante 15 min. Se prepararon dos soluciones: 1) utilizando agua a un pH de aproximadamente 5,0; 2) utilizando agua a un pH de aproximadamente 7,0 a 8,0.
 - 3. Se preparó una emulsión de aceite de café aromatizado en agua mediante la utilización de un dispositivo de microfluidos. Por ejemplo, se preparó una emulsión o/w al 5%.
 - 4. Se mezcló solución de café verde a pH 7,0 en la emulsión. Dicha mezcla se preparó en línea mediante un flujo de entrada de flujo cruzado en el tubo de salida del canal de microfluidos.
 - 5. La dispersión que contenía las cápsulas de aceite se añadió al extracto concentrado de café a 4°C.
 - 6. La mezcla de extracto concentrado de café/cápsulas de aceite se congeló a menos de -50°C.
 - 7. A continuación, la mezcla congelada de extracto concentrado de café/cápsulas de aceite se liofilizó.

Según el ensayo, la dispersión de cápsulas de aceite se concentró dentro de la línea mediante fuerzas gravitacionales inmediatamente después de la etapa 4.

20 Ejemplo 2

10

15

30

Optimización del procedimiento de producción. Ensayo de estallido inducido por la temperatura.

25 Métodos

Se llevaron a cabo ensayos de estallido de las cápsulas de aceite de café mediante el incremento de la temperatura con una celda calefactora montada sobre un microscopio Leica DM R. Se registró el proceso de estallido con la cámara DC 300F acoplada al microscopio, mediante la utilización de fotografía secuencial a intervalos. Las imágenes se obtuvieron utilizando los objetivos 5x o 10x.

El perfil de calentamiento aplicado fue el siguiente:

- calentamiento a 30°C
- mantenimiento a 30°C durante 1 minuto 35
 - calentamiento a 80°C
 - mantenimiento a 80°C durante 10 minutos
 - enfriamiento hasta la temperatura ambiente.
- 40 Se produjeron cápsulas de aceite de café según el procedimiento en el Ejemplo 1 y el café final que contenía las cápsulas de aceite se vertió sobre un portaobjetos de microscopía de vidrio. La muestra se introdujo en una unidad de celda calefactora y se aplicó el perfil de temperatura indicado anteriormente, registrando simultáneamente un vídeo. Al incrementar la temperatura, las propiedades mecánicas y de barrera de las membranas de las cápsulas se redujeron fuertemente. En el caso de que las cápsulas se observasen en contacto con una pared sólida, tal como 45 una placa de vidrio (por ejemplo un portaobjetos de microscopía) y se incrementase la temperatura, se observaba un estallido aparente de las cápsulas, llevando de esta manera el núcleo aceitoso a encontrarse en contacto directo con la fase acuosa por rotura de la membrana, mientras que algunos trozos rotos de membrana quedaron enganchadas en la interfaz aceite-aqua. Antes de la rotura, la cápsula todavía se encontraba claramente separada del pared sólida por su membrana. Tras el estallido, existe un contacto directo entre el aceite de la cápsula y la pared, y entre el 50 aceite y la fase acuosa. La reducción de las propiedades mecánicas de las membranas al incrementar la temperatura provoca que la cápsula sea mucho más deformable y frágil que las cápsulas a temperatura ambiente. La combinación exacta de temperatura-tiempo para el estallido de una primera cápsula y para el estallido completo en toda la muestra dependía del material a partir del que se habían preparado las cápsulas de aceite de café. La figura 2 muestra ejemplos de estabilidad de las cápsula:

a) retenido de MF de café verde al 2,5%, pH 9, y aceite de café: las cápsulas empezaron a estallar a

aproximadamente 40°C, tal como puede observarse como una rotura de las membranas de las cápsulas que libera el aceite (contraste diferente en la imagen). A más de 50°C la mayor parte de las cápsula ya han estallado. Estas cápsulas manifestaron una naturaleza frágil y no eran muy estables frente al calor. El material de membrana interfacial mismo no era muy sensible a la temperatura, ya que todavía pudieron observarse algunos trozos sólidos a 70°C, mostrando que no se había disuelto en las fases líquidas.

b) retenido de MF de café verde al 2,5% (filtrado 6 veces para eliminar, por ejemplo, citrato), pH 6, y aceite de café: Se produjeron dos tamaños de cápsula, con diámetros medios de aproximadamente 80 µm y 10 µm. Las cápsulas de mayor tamaño empezaron a estallar a 80°C/1 min. y tras 3 min. habían estallado todas las

9

55

60

cápsulas. Por otra parte, las cápsulas de menor tamaño empezaron a estallar tras 3 min. a 80°C y 1 min. después habían estallado todas. Por lo tanto, las cápsulas menos deformables y de menor tamaño eran más estables.

5 <u>Conclusión</u>

10

25

30

35

40

50

Según el procedimiento exacto de producción, puede controlarse o fortalecerse el perfil de liberación con la temperatura a fin de liberar el café encapsulado + aromas en un intervalo deseado de temperaturas. La eliminación de los compuestos acéticos incrementa la estabilidad frente al calor. De esta manrea, una característica de las cápsulas según la invención es su elevada resistencia al estrés mecánico, en combinación con su fragilidad.

Ejemplo 3

Optimización del procedimiento de producción: eliminación del citrato

Se cree que el tampón citrato podría presentar efectos negativos sobre la formación y estabilidad de las cápsulas de aceite de café, tal como también se indica en el Ejemplo 2. De esta manera, el material acuoso de café se sometió a una etapa de filtración para eliminar el citrato presente en el polvo. Ver también el Ejemplo 11.

20 Materiales y métodos

Se eliminó el citrato del retenido del café siguiendo el procedimiento siguiente:

- 1) se ensambló la unidad de filtración con un filtro de membrana de 0,2 μm (para la microfiltración) o tamaños de poro de 30 kDa (para la ultrafiltración) (figura 4).
- 2) se añadieron 250 g de solución de retenido del café al 2,5% a pH 7.
- 3) El retenido se filtró hasta 6 veces. En cada tiempo se redujo el volumen de muestra de 250 ml a 80 ml (mediante la medición del volumen de permeado) y después se llenó nuevamente a 250 ml con H₂O. La presión aplicada era de aproximadamente 6 bar.

- Filtro de membrana Tuffryn HT-200 de 0,2 μm, Pall Life Science, nº de ref. T81660.

- Filtro de membrana Omega 30kDa 76 mm, Pall Life Science, nº de ref. 87900A.

<u>Resultados</u>

Al utilizar una composición acuosa que comprendía café sin citrato, resultó posible producir aceites encapsulados a valor de pH de tan sólo 6. Estas cápsulas de aceite de café también presentaban un módulo mecánico más alto y no bloqueaban la unión de microfluidos, en la que entran en contacto el aceite y la fase acuosa. Por lo tanto, puede resultar posible producir los aceites encapsulados sin necesidad de modificar el pH, tal como se indica en el Ejemeplo 1. Además, tal como se indica en el Ejemplo 2, pueden obtenerse productos más estables frente al calor al eliminar el citrato.

Ejemplo 4

45 Optimización del procedimiento de producción: inspección visual

La figura 3 muestra cápsulas de aceite de café producidas mediante el procedimiento anteriormente indicado, utilizando café verde al 2,5%. La figura 4 muestra un ejemplo de las cápsulas de aceite de café obtenidas tras las etapas 4 y 5 del procedimiento. A pH 7, se formaron aceites encapsulados incluso con retenido de café verde al 0,1%, aunque estallaban muy fácilmente. Tras la producción, se observó algo de aceite superficial de los aceites encapsulados que se habían preparado con retenido de café a <0,5% o a ≥ 5%. Además, dichos aceites encapsulados aparentemente presentaban una superficie menos rugosa. De esta manera, resulta preferente una concentración comprendida en el intervalo 0,5-5%.

55 Ejemplo 5

Optimización del procedimiento de producción: ensayo de agitación.

Se sometió a ensayo el efecto de agitación durante la etapa de incorporación (etapa 5 en el Ejemplo 4) mediante la adición de la dispersión que contenía aceites encapsulados (flujo de 0,2 g/min.) en 5 ml de extracto concentrado de café (vaso de vidrio de 2,4 cm de diámetro). La agitación se llevó a cabo bajo velocidades de rotación diferentes (300-900 rpm) con un agitador magnético de 1,4 cm de longitud. La figura 5 muestra que los aceites encapsulados que se habían preparado con extracto de café verde UF al 2,5% eran los más resistentes, seguidos de las cápsulas de aceite de café preparadas con extracto al 1,5%. El incremento de la concentración de extracto de café más allá de 2,5% condujo que las cápsulas fuesen menos resistentes al estrés mecánico durante la formación. La figura 4 muestra la microestructura de las cápsulas intactas tras la adición a extracto concentrado de café.

Ejemplo 6

5

10

15

20

25

50

55

Optimización del procedimiento de producción: procedimiento de secado

La figura 6 muestra un ejemplo de los aceites encapsulados obtenidos tras la etapa 7 en el Ejemplo 1 (liofilización). El café en polvo liofilizado que comprende cápsulas de aceite de café se disolvió sobre un portaobjetos de microscopía con agua a temperatura ambiente y se observó adicionalmente utilizando un microscopio óptico. La figura 6 muestra que varias cápsulas de aceite de café todavía se encontraban intactas después del procedimiento de liofilización.

Ejemplo 7

Producción de cápsulas de aceite de café verde tostado y torrefacto: efecto del pH

La figura 7 muestra las fotografías de microscopía de las cápsulas de aceite de café producidas con café verde, tostado o torrefacto a un pH de entre 7 y 9 tras las etapas de procedimiento 4 y 5, tal como se indica en el Ejemplo 1. La concentración de los extractos en todas las muestras se fijó en 2,5% (p/p). La estabilidad de las cápsulas inmediatamente después del procesamiento también era dependiente del ph final de la dispersión.

Resultados y conclusión

- Café verde (pH 7-9): Cuanto más elevado era el pH, más elevada era la estabilidad de las cápsulas. Para las muestras UF, la microestructura a pH 9 mostraba que dichas cápsulas eran más robustas/frágiles y menos deformables, es decir, más resistentes al estrés mecánico sin rotura.
- Café tostado y torrefacto (pH 7-9): las cápsulas de aceite de café a pH 7 eran más estables, con una resistencia mecánica más elevada.

Las cápsulas débiles estallaban inmediatamente después de la producción (estallido aparente observado en la pared sólida o al entrar en contacto con el aire). Resultó posible incrementar la estabilidad mecánica de las cápsulas nuevamente producidas mediante la prolongación del tiempo de contacto entre la membrana en formación, el aceite de café y el extracto de café, antes de cualquier otra etapa (por ejemplo el contacto con cualquier otro material aparte del extracto de café, el secado, la concentración, etc.).

35 Ejemplo 8

Producción de cápsulas de aceite de café tostado y torrefacto: efecto de la concentración

Se evaluó el mejor intervalo de concentraciones para formar cápsulas de aceite de café a partir de café tostado y torrefacto a pH 7, ya que éste fue el valor de pH que proporcionaba más cápsulas con el extracto de café al 2,5%. Se utilizó un chip de microfluidos para generar las cápsulas.

Resultados y conclusión

45 Extracto intermedio tostado (MF): pudieron formarse cápsulas de aceite de café con extracto de café al 2,5%. Sin embargo, tras la producción se observó fuga del aceite en la superficie de las cápsulas.

Extracto final tostado (UF): a 0,3% no se formaron cápsulas. A 0,5%, las cápsulas eran tan frágil que tras 15 min. en un vaso se observaban cierta cantidad de fuga de aceite en la superficie de las cápsulas. A 5%, se observó fuga de aceite inmediatamente después de la producción. Las cápsulas formadas con extracto al 2,5% eran las más estables e incluso pudieron incorporarse en extracto de café concentrado al 50% (figura 7).

Extracto intermedio torrefacto (MF): a 0,3% no se formaron cápsulas. A 0,5%, los aceites encapsulados estaban monodispersados, aunque se observó una cantidad considerable de aceite en la superficie y tras 10 min. de envejecimiento en el vaso, prácticamente la totalidad de las cápsulas había estallado. Sin embargo, a 2,5%, las cápsulas eran suficientemente estables para incorporarse en extracto de café concentrado al 50% tras cierto tiempo de envejecimiento.

Extracto final torrefacto (UF): A 0,5% no se formaron cápsulas. A 2,5%, al recoger las cápsulas directamente de un tubo de retención: se formaron cápsulas bastante débiles, que no resistieron condiciones de mezcla suave sin romperse.

Conclusión

Globalmente, la composición que comprendía extracto de café preferentemente debería presentar un contenido de materia seca en peso (p/p) de extracto de café comprendido en el intervalo 0,5-5% durante el procedimiento, tal como de 1-4%, tal como de 1-3%, tal como de 2-4% o preferentemente de aproximadamente 2,5%.

Eiemplo 9

10 Requisitos del aceite de café para la formación de membrana

La observación visual de la formación o no de la membrana interfacial se utilizó como método para identificar el tipo de aceites que podrían utilizarse para la formación de las cápsulas de aceite de café. Para ello, se preparó una gota de diferentes tipos de aceite utilizando una jeringa en fase acuosa de retenido de café verde.

La primera observación realizada fue que los triglicéridos de cadena intermedia (TCI) o el aceite de girasol no formaban membrana interfacial, mientras que los aceites de café la formaban claramente. Una observación importante fue que la membrana interfacial se formó con mezclas de aceite de café y TCI o aceite de girasol. La Tabla 2 muestra que se requiere por lo menos 40% de aceite de café mezclado con TCI para formar la membrana interfacial utilizando los parámetros experimentales específicos.

T 11 0 E ''			11.6	
lahla 7 Formacion	de membrana	intertacial	con ditarantas	mezclas de aceites
	uc ilicilibialia			

Aceite de café (%)	Aceite de TCI (%)	Membrana*
100		✓
40	60	✓
38	62	X
	100	X

Ejemplo 10

Fraccionamiento del aceite de café

Las observaciones visuales demostraron que la mezcla de aceite de café con TCI u otros aceites también resultaba en la formación de la membrana, mientras que los TCI por sí solos no formaban dicha membrana (ver el Ejemplo 9). Se llevó a cabo la centrifugación del aceite de café para generar dos fracciones diferentes de aceite de café. Por lo tanto, podría evaluarse qué fracciones de aceite era rica en los compuestos responsables de la formación de membrana.

Los sedimentos del aceite de café o el sobrenadante obtenido tras la centrifugación se añadieron en diferentes cantidades a los TCI. A continuación, se midió la tensión interfacial agua/aceite de dichas mezclas como función del tiempo, tal como se indica en la figura 8.

La figura 8A muestra que el valor del ph de la fase acuosa no reduce la tensión interfacial al evaluar el TCI, al contrario de lo observado con aceite de café puro. Sin embargo, la adición de una pequeña cantidad de sedimento de aceite a los TCI provoca que dicha tensión interfacial agua/aceite resulte sensible a las variaciones del pH (figuras 8B y 8C). Hasta el 5% de sedimentos de aceite, los valores de tensión interfacial a pH 6 no cambiaron respecto a los de los TCI puros (figura 8B). Sin embargo, a pH 9, el valor de la tensión interfacial se redujo al incrementar el contenido de sedimento de aceite en los TCI. La adición de 10% de sedimentos de aceite de café a los TCI provocó la misma respuesta interfacial que el aceite de afé puro a ambos valores del pH: 6 y 9 (figura 8C).

La fracción de aceite de café de densidad más ligera también contenía cierta cantidad de moléculas activas en superficie, aunque a menos concentración que el sedimento de aceite. La adición de una determinada cantidad de fracción de aceite de densidad más ligera (por ejemplo 1% o 5%) a los TCI provocó un menor impacto sobre el valor de la tensión interfacial que la misma cantidad de sedimento añadida a los TCI (figura 8D). En resumen, los surfactantes reactivos del aceite de café se encuentran concentrados en los sedimentos de aceite de café.

Ejemplo 11

Efecto del citrato sobre la formación de cápsulas

55 Tal como también se ha descrito en los Ejemplos 2 y 3, el citrato influye sobre la formación de las cápsulas.

Mediante el análisis del efecto del citrato sobre la formación de las membranas (Tabla 4), aparentemente resulta pertinente la hipótesis de que el citrato compite para los surfactantes.

12

20

15

5

35

30

25

40

45

Tabla 4. Efectos del citrato Na sobre la formación de las membranas a diferentes valores del pH.

Concentración de citrato Na		Observaciones	
Citr. 0,1 M en retenido de café verde al 2,5% 7 Nula formación de membranas		Nula formación de membranas	
Citr. 0,1 M en retenido de café verde al 2,5%		Formación de membranas muy finas y débiles	
~0% citr. en retenido de café verde al 2,5%	6	Formación de membranas muy fuertes y	
(muestras tras 6x filtraciones)		elásticas	

- Al inyectar una gota de aceite en una solución de retenido de café que contenía citrato Na 0,1 M a pH 7, no se formaron membranas. Realizando la misma operación a pH 9, sólo se formaron membranas muy finas y débiles. Previamente sin citrato, las membranas se formaron a ambos valores de pH, siendo más fuertes al pH alcalino. A pH 9, sin citrato, las reacciones de formación de membrana son muy rápidas (instantáneas), mientras que a pH 7, la formación es más lenta.
- El retenido de café mismo contiene por lo menos 0,8% de ácido cítrico. Por lo tanto, se filtró la fase acuosa seis veces en el laboratorio, añadiendo agua entre cada una, a fin de reducir a aproximadamente 0,0001% el contenido de citrato en el retenido final. Se sometió a ensayo dicho nuevo retenido para la formación de cápsulas. Los resultados demostraron que las cápsulas no sólo eran más elásticas (evaluación mediante microscopía) sino que las cápsulas también pudieron formarse a valores de pH incluso inferiores (pH mínimo de 6), lo que no resultó posible al utilizar un retenido de café que contenía citrato (ver también el Ejemplo 3).

Ejemplo 12

20

Procedimiento para la producción de aceites encapsulados: requisitos de la fase acuosa

Con el fin de verificar los requisitos para la producción de aceites encapsulados en una emulsión de aceite en agua, se sometieron a ensayo diferentes composiciones acuosas.

Materiales y métodos

25

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

- caseinato Na: proteína al 1% a pH 7-9
- aislado de proteína del suero (APS) desnaturalizada: al 2,5% a pH 7-9
- 30 Ácido clorogénico: polifenol al 1% a pH 9
 - goma acacia: polisacárido al 2% a pH 7
 - arabinogalactano-proteína: polisacárido al 0,5-2%-molécula de proteína a pH 7-9
 - Extracto acuoso de café
- 35 Se utilizó el procedimiento descrito en el Ejemplo 1.

Resultados

Los resultados para caseinato Na, aislado de proteína del suero (APS) y ácido clorogénico se muestran en la figura 40 9. El ejemplo del extracto acuoso de café se muestra en la figura 7. De esta manera, en la figura 9 puede observarse que los aceites encapsulados pueden producirse con proteínas o polifenoles en la fase continua (acuosa). Se obtuvieron resultados similares utilizando mezclas de polisacáridos y proteínas.

Ejemplo 13

Producción de aceite de pescado encapsulado

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

- 1. Mezclar 2,5 g de aislado de proteína de suero (APS) en polvo en 97,5 g de agua a temperatura ambiente durante 15 min.
 - 2. Desnaturalizar la proteína mediante calentamiento de la solución a pH 5,8-7,2 a 80°C/30 min.
 - 3. Centrifugar el aceite de pescado en bruto a 50.000xg durante 2 h y separar la fase de gel (fase inferior).
 - 4. Mezclar el aceite de pescado con la fase de gel para obtener 10% de gel en el aceite y mezclar durante 20 minutos hasta dispersar el gel por completo.
 - 5. Preparar una emulsión de mezcla de aceite de pescado en agua mediante la utilización de un dispositivo de microfluidos. Para la fase continua puede utilizarse una solución de APS desnaturalizado a pH 6,2. Por ejemplo, puede prepararse una emulsión o/w al 5%.
 - 6. Añadir la dispersión que contiene las cápsulas a leche desnatada a temperatura ambiente.

60

55

Inmediatamente antes de la etapa 6, la dispersión de cápsulas puede concentrarse dentro de la línea utilizando la fuerza de la gravedad.

La figura 10 muestra las cápsulas formadas antes y después de la adición de leche desnatada.

Como parte de la fase dispersada pueden utilizarse diferentes aceites. Sin embargo, bajo los parámetros experimentales específicos, resulta necesario mezclarlas con por lo menos 1% de sedimento de gel de aceite de café en bruto tal como se indica en el Ejemplo 10.

10

REIVINDICACIONES

- 1. Procedimiento para la producción de cápsulas que comprenden aceite de café, comprendiendo el procedimiento:
 - a) proporcionar

10

15

- una o más composiciones acuosas que comprenden extracto de café y
- una composición que comprende aceite de café,
- b) opcionalmente, emulsionar la composición que comprende aceite de café con una fase acuosa, proporcionando una emulsión de aceite en agua.
- c) mezclar una primera composición acuosa que comprende extracto de café con la composición que comprende aceite de café a un pH inferior a 7, proporcionando una emulsión de aceite en agua,
- d) elevar el pH a 7 o superior,
- e) opcionalmente, concentrar la emulsión de aceite en aqua,
- f) opcionalmente, mezclar la emulsión de aceite en aqua con extracto de café,
- g) opcionalmente, secar la emulsión de aceite en agua, y
- 20 h) proporcionar la cápsula que comprende una composición que comprende aceite de café.
 - 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la etapa c) se lleva a cabo a un pH comprendido en el intervalo 4,0-6,5, tal como en el intervalo 5,0-6,4, tal como en el intervalo 5,5-6,2.
- 25 3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en el que el pH durante la etapa d) se eleva a 7 o superior mediante la adición de una segunda composición acuosa que comprende extracto de café.
- 4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la composición acuosa que comprende extracto de café proporcionada en la etapa c) presenta un contenido de materia seca en peso (p/p) de extracto de café comprendido en el intervalo 0,1-50%, tal como en el intervalo 0,1-30%, tal como en el intervalo 0,3-5%, tal como en el intervalo 0,3-5%, tal como en el intervalo 1-5%, tal como en el intervalo 2-5%, tal como en el intervalo 2-3% o tal como de aproximadamente 2.5%.
- 35 5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la composición que comprende aceite de café comprende por lo menos 5% en peso (p/p) de aceite de café, tal como por lo menos 10%, tal como por lo menos 20%, tal como por lo menos 30%, tal como por lo menos 40%, tal como por lo menos 90% o tal como 100%.
- 40 6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el aceite de café es una fracción de aceite de café entero.
- 7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que 50% a 100% (p/p) del contenido de materia seca de las cápsulas se deriva de granos de café, tal como 70% a 100%, tal como 80% a 100%, tal como 90% a 100%, tal como 95% a 100%, tal como 100%.
 - 8. Cápsula que comprende aceite de café, comprendiendo:
 - un núcleo de una composición que comprende aceite de café y
 - una membrana circundante al núcleo, en la que la membrana comprende constituyentes de aceite de café y constituyentes acuosos de extracto de café.
- 9. Cápsula que comprende aceite de café según la reivindicación 8, que presenta un diámetro comprendido en el intervalo de 1 μm a 1 mm, tal como en el intervalo de 1 a 500 μm, tal como en el intervalo de 1 a 100 μm, tal como en el intervalo de 1 a 80 μm, tal como en el intervalo de 10 a 50 μm, tal como en el intervalo de 10 a 20 μm.
 - 10. Composición que comprende las cápsulas que comprenden aceite de café según la reivindicación 8 o 9.
- 60 11. Ingrediente alimentario que comprende las cápsulas que comprenden aceite de café según la reivindicación 8 o 9.
 - 12. Producto alimentario que comprende un ingrediente alimentario según la reivindicación 11.

13.	Composición según la reivindicación 10, en la que la composición es un cosmético, tal como una loción
	para la piel, una composición farmacéutica, una composición alimentaria nutricional, un nutracéutico y/o un
	medicamento.

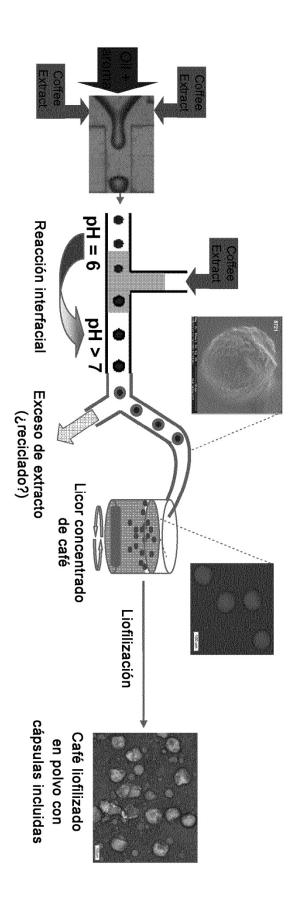
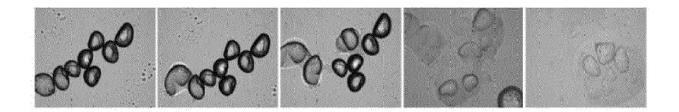
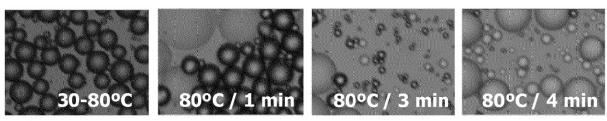


Fig. 1

A



В

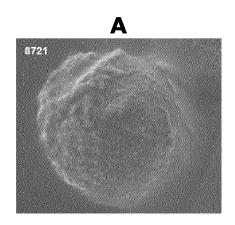


cápsulas intactas

Inicio de estallido

Todas las caps. de 80 µm Todas las cápsulas han estallado han estallado Las caps. de 10 µm todavía intactas

Fig. 2



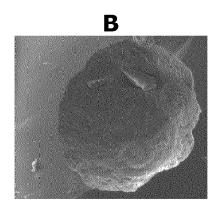


Fig. 3

	0.5%	1.5%	2.5%	3.5%	5.0%
Después de la producción	0000 0000		3		000
Cápsulas en licor concentrado	N/A				N/A

Fig. 4

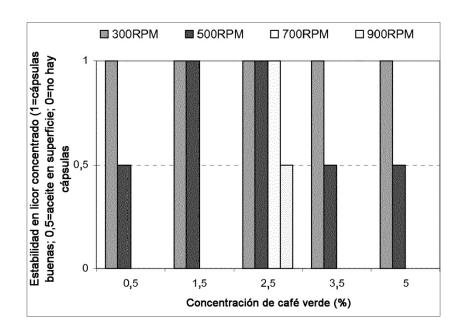


Fig. 5

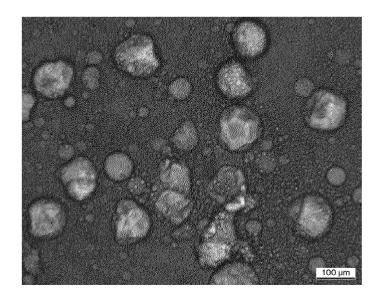


Fig. 6

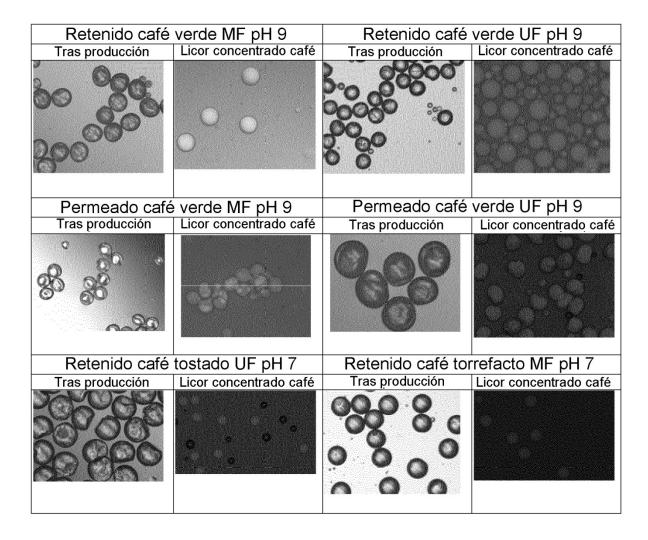


Fig. 7

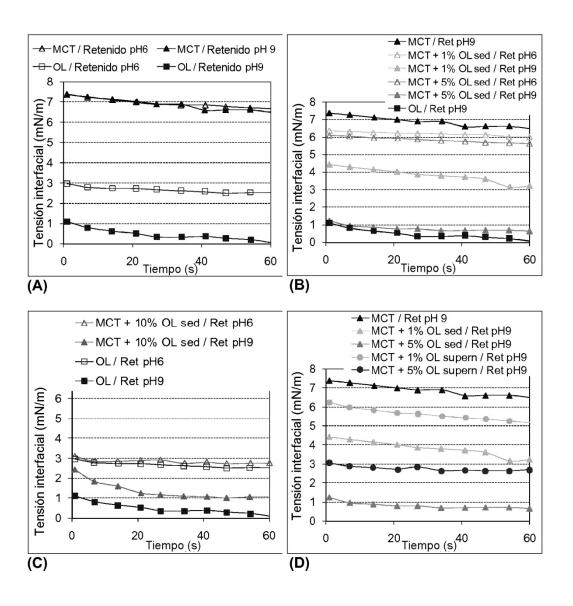


Fig. 8

TCI al 2,5% pH 9 / aceite GRAB	Caseinato Na al 1%	Ácido clorogénico al 1%	Ácido clorogénico al 1%
	pH 7 / aceite GRAB	pH 9 / aceite GRAB	pH 7 / aceite GRAB

Fig. 9

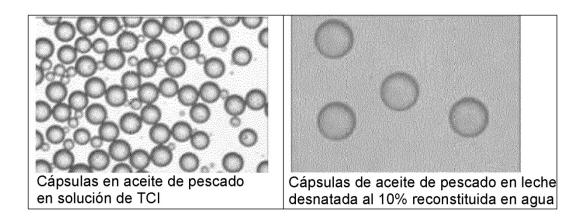


Fig. 10