

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 791 991**

51 Int. Cl.:

A23F 5/08 (2006.01)

A23F 5/40 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.10.2016 PCT/EP2016/073629**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.04.2017 WO17060215**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.10.2016 E 16779040 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.04.2020 EP 3358961**

54 Título: **Proceso para micronizar partículas de café**

30 Prioridad:

09.10.2015 EP 15189125

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

06.11.2020

73 Titular/es:

**SOCIÉTÉ DES PRODUITS NESTLÉ S.A. (100.0%)
Entre-deux-Villes
1800 Vevey , CH**

72 Inventor/es:

**FRIES, LENNART;
REH, CHRISTOPH;
PALZER, STEFAN;
NIEDERREITER, GERHARD y
MORA, FEDERICO**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 791 991 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

Proceso para micronizar partículas de café

5 Ámbito de la presente invención

La presente invención se refiere a un proceso para micronizar partículas de café en una suspensión acuosa.

Antecedentes de la presente invención

10 A pesar del progreso en las tecnologías de conservación del aroma algunos consumidores perciben que el café soluble carece de la frescura y del aroma del café recién tostado y molido. Por lo tanto se han desarrollado algunos productos agregando café tostado y molido finamente a un café en polvo soluble para mejorar el sabor y el aroma. Por razones de percepción sensorial es deseable que el café en polvo tostado y molido tenga un tamaño de partícula pequeño para evitar que las partículas sean percibidas como ásperas o arenosas al consumirlo. Sin embargo, debido a su contenido de aceite, las partículas de café se vuelven pegajosas durante la molienda a medida que el aceite del café es exprimido por los poros hacia la superficie de la partícula. Por lo tanto la distribución de tamaño de partícula que puede obtenerse con las técnicas de molienda en seco a temperatura ambiente es limitada. Además, las partículas de café finamente molido incorporadas a las elaboraciones de café soluble puro tienden a formar agregados durante la molienda y/o la reconstitución en la taza. En consecuencia se observa una sedimentación de estos agregados en forma de escamas oscuras que se depositan en el fondo de la taza y son visibles a simple vista. Estos fenómenos son percibidos por el consumidor como irregularidades o defectos que deben ser superados.

25 La micronización de café en fase acuosa concentrada (como extracto de café) ya ha sido descrito anteriormente, p.ej. en las patentes GB1489166, DE3130346 y US3697288. La patente US3652292 describe el uso de aditivos para evitar la agregación durante la molienda húmeda de café. Sin embargo los aditivos pueden resultar inadecuados por razones legales o por la percepción de los consumidores. La molienda conjunta de partículas de café tostado en un molino de chorro usando polvo de café soluble puro como vehículo está descrita en las patentes US1214875 y EP2659783. La adición de un vehículo que absorbe el aceite de café de la superficie de las partículas evita la adherencia del producto al molino y al final disminuye la agregación en la taza, pero la fracción másica de vehículo requerida es importante (del orden del 50%), lo cual repercute negativamente en la eficiencia del proceso y en las características del sabor.

35 Se han desarrollado métodos para abordar la estabilidad y la dispersión del café tostado y molido coloidal. La patente US3652292 describe un producto de café instantáneo compuesto por un extracto de café soluble seco y componentes de café tostado molido hasta un tamaño de partículas coloidales, que tiene un pH máximo de 5,2. La estabilización de los componentes del café tostado coloidal contra la floculación requiere un ajuste del pH de los componentes coloidales a valores que se encuentran en un intervalo más ácido que el de una infusión de café normal. La patente EP2659783 describe un proceso de formación de un producto de café soluble liofilizado, en el cual se añade un producto intermedio de café molido y mezclado a un extracto de café concentrado, antes o después de espumar y pre congelar el extracto de café concentrado. La patente WO2012009668 describe un método para formar al menos una porción de una bebida a partir de una composición mezclada y molida en polvo, combinando una cantidad de dicha con un fluido para producir al menos una porción de una bebida. La composición mezclada y molida en polvo incluye al menos un ingrediente en polvo de difícil disolución o dispersión, que se muele junto con uno o más componentes dispersantes o solubilizantes. La patente US3697288 describe un método para producir una dispersión coloidal de café tostado y molido en agua. El método requiere energía vibratoria para moler una suspensión de café tostado y molido en agua, que contiene al menos un 5 hasta un 10% en peso de café tostado y molido. La patente WO2015075535 describe un método para producir un café tostado y molido en polvo, según el cual el café tostado y molido está triturado en aceite de café.

50 Se necesitan métodos mejorados de producción de partículas de café micronizadas que no se adhieran ni se agreguen cuando se usan, p.ej., como ingrediente en productos de café tales como los cafés instantáneos.

Resumen de la presente invención

55 Los presentes inventores han encontrado que la micronización de partículas de café en una suspensión acuosa que contiene sólidos de café soluble disueltos en agua disminuye la agregación y mejora la estabilidad de las partículas de café micronizadas en la suspensión. Por consiguiente, la presente invención se refiere a un proceso para micronizar partículas de café que consiste en: a) preparar una suspensión acuosa de partículas de café que contiene 1-20% de partículas de café y 0,1-30% de sólidos de café soluble disueltos en agua, con un contenido total de sólidos del 40 % o menos; y b) micronizar la suspensión acuosa de partículas de café que contiene 1-20% de partículas de café y 0,1-30% de sólidos de café soluble disueltos en agua, con un contenido total del 40% o menos, hasta un tamaño medio de partícula $d_{90,3}$ inferior a 50 micras, para producir una suspensión de partículas de café micronizadas mezclando las partículas de café en la etapa a) con sólidos de café soluble obtenidos mediante una extracción separada de granos de café con agua, y realizando las etapas a) y b) a una temperatura de 5- 50°C.

65 Descripción breve de las figuras

Figura 1. Distribución del tamaño de partícula del café tostado y molido utilizado para preparar partículas de café micronizado de acuerdo con el ejemplo 1.

Figura 2. Tamaño medio aparente de partícula obtenido, $d_{90,3}$ (x_{90}) en función del aporte de energía de molienda, para moler diferentes composiciones, con tiempos de molienda variables, tal como se describe en el ejemplo 1.

5 Figura 3. Distribución del tamaño de partícula de elaboraciones secas de café soluble puro tras la reconstitución en agua, tal como se describe en el ejemplo 1.

Figura 4. Distribución del tamaño de partícula de elaboraciones secas de café soluble puro tras la reconstitución en agua, tal como se describe en el ejemplo 2.

Figura 5. Sedimentación de partículas en diferentes muestras, en función del tiempo. Detalles.

10 Figura 6. Papel de filtro tras la filtración de bebidas de café preparadas por reconstitución del café en polvo soluble puro que contiene partículas de café micronizado. Los detalles se indican en el ejemplo 5.

Descripción detallada de la presente invención

15 Los granos de café son semillas de la planta de café, p.ej. de la variedad *Coffea arabica*, también llamada café Árabe, o de la variedad *Coffea canephora*, también llamada café Robusta. Las partículas de café no se disuelven en agua y se obtienen a partir de los granos de café, disgregándolos en fragmentos más pequeños por cualquier procedimiento adecuado, como p.ej. trituración, pulverización, molienda, p.ej. molienda a rodillo, o similares.

20 Por sólidos de café solubles en agua se entiende compuestos solubles en agua, excluyendo el agua, que se han sido extraídos de los granos de café, usando normalmente agua y/o vapor. Los métodos de extracción de sólidos solubles de los granos de café son bien conocidos en la tecnología de producción de café soluble y se puede emplear cualquiera de ellos que resulte adecuado.

25 Los granos de café tostado y molido son granos de café que han sido sometidos a los procesos de tueste y molienda comúnmente utilizados en el campo de la producción de café. El tostado de granos verdes, también llamados crudos, se puede realizar de cualquier manera adecuada para producir las notas de aroma asociadas con el café tostado. Los métodos adecuados de tueste son bien conocidos del estado técnico. Análogamente, los procedimientos y el equipo para moler granos de café son bien conocidos del estado técnico y se puede emplear cualquiera de ellos que resulte adecuado para producir granos de café tostados y molidos de acuerdo con la presente invención.

30 Los tamaños de las partículas de café discutidos en esta solicitud de patente se pueden medir mediante tecnologías de difracción láser, empleando p.ej. aparatos comerciales tales como Malvern Mastersizer 2000 (Malvern Instruments, Malvern, Reino Unido). En esta solicitud de patente se utiliza el llamado tamaño $d_{90,3}$ (citado a veces como x_{90}) como medida característica de la distribución de los tamaños de partícula del café en una elaboración. En una determinada muestra el 90% de la masa o del volumen de las partículas corresponde a partículas más pequeñas que $d_{90,3}$. Nos referimos al $d_{90,3}$ más que al tamaño medio de partícula, porque se encontró que, teniendo en cuenta la sensación en boca, la fracción de partículas más grande tiene una influencia predominante.

40 En esta descripción, las cantidades e intervalos expresados en porcentaje (%) se refieren al porcentaje en peso (peso/peso) a no ser que se especifiquen de otra manera.

45 Según el método de la presente invención, se prepara una suspensión acuosa de partículas de café que lleva 1-30% de partículas de café, preferiblemente 1-20%, con mayor preferencia 2-20% de partículas de café. La suspensión lleva además 0,1-30% de sólidos de café soluble disueltos en agua, preferiblemente 0,1-10%, con mayor preferencia 0,5-5% de sólidos de café soluble disueltos en agua. El contenido total de sólidos de la suspensión, incluidas las partículas de café y los sólidos de café soluble disueltos en agua, es del 40% o menos, p.ej. del 1,1-40%, preferiblemente del 30% o menos, p.ej. del 1,1-30%, con mayor preferencia del 25% o menos, p.ej. del 2,5-25% o 3-25%. La suspensión se puede preparar de cualquier forma adecuada, p.ej. mezclando partículas de café con un extracto acuoso de granos de café que contenga la cantidad deseada de sólidos de café soluble disueltos en agua; mezclando partículas de café y sólidos de café soluble en agua concentrados, p.ej. secados, en un líquido acuoso tal como agua, o por cualquier otro procedimiento adecuado. El orden de adición de los componentes no es especialmente crítico. Para asegurar la suspensión adecuada de las partículas de café y la disolución de los sólidos de café soluble en agua se puede utilizar un dispositivo de mezcla adecuado, como p.ej. un mezclador de gran cizallamiento. Las partículas de café utilizadas para preparar la suspensión acuosa tienen preferiblemente un tamaño de partícula $d_{90,3}$ de 100 micras o superior. En una forma de ejecución preferida las partículas de café son partículas de granos de café tostado y molido, pero también se pueden utilizar granos de café verde, no tratados o tratados por otros métodos, dependiendo del uso deseado y de las características de las partículas de café micronizado.

60 Los sólidos de café soluble en agua se pueden obtener de cualquier manera apropiada. En general se pueden extraer de los granos de café con agua y/o vapor, tal como suele hacerse para producir café soluble o instantáneo. Estos métodos son bien conocidos del estado técnico. Preferiblemente los sólidos de café soluble en agua se pueden obtener de granos de café tostados y molidos, pero también se pueden emplear granos de café verde, sin tratar o tratados por otros métodos. Los sólidos de café soluble se obtienen preferiblemente mediante una extracción aparte de granos de café con agua, entendiendo como tal que los sólidos de café soluble en agua no se obtienen de las partículas de café utilizadas para preparar la suspensión o de los granos de café utilizados para preparar estas partículas de café.

La totalidad de los sólidos de café soluble en agua o parte de ellos se puede obtener preferiblemente como producto secundario de la descafeinización de los granos de café. La descafeinización en agua es bien conocida en el estado técnico, p.ej. a través de la patente US nº 5,208,056. La cafeína se elimina de los granos verdes de café extrayéndolos con agua o con un extracto de café del cual se ha eliminado la cafeína y el extracto obtenido se trata con un adsorbente muy específico de la cafeína. Los sólidos que quedan en el extracto tras la adsorción de la cafeína se pueden devolver a los granos verdes de café. La cafeína se desorbe del adsorbente y se puede emplear para otros fines. Sin embargo, la mayoría de los adsorbentes también adsorberán otros varios compuestos de café verde, tales como compuestos precursores de aroma y polifenoles, de modo que la cafeína desorbida del adsorbente no es pura y debe purificarse a posteriori para que sirva como ingrediente. Las impurezas eliminadas suelen descartarse. La patente WO 2011/011418 describe un complejo de cafeína en bruto, obtenido como complejo no purificado de cafeína y otros compuestos que quedan tras la eliminación de la cafeína de los granos de café, y el uso de dicho complejo en bruto como ingrediente. Este producto secundario se puede usar en el método de la presente invención como fuente de sólidos de café soluble en agua. La cafeína se puede eliminar preferiblemente de este producto secundario antes de utilizarlo en la presente invención. Una forma conveniente de obtener un producto secundario bajo en cafeína es mediante el uso de un método de desorción que desorba preferentemente compuestos diferentes de la cafeína, como p.ej. polifenoles. Uno de tales métodos está descrito en la patente WO 2014/072282.

La suspensión acuosa de partículas de café se microniza hasta un tamaño de partícula $d_{90,3}$ inferior a 50 micras para producir una suspensión de partículas de café micronizadas. En una forma de ejecución preferida, la suspensión de partículas de café se microniza hasta un tamaño de partícula $d_{90,3}$ de 1-50 micras, por ejemplo de 5-50 micras, con mayor preferencia de 10-50 micras. Por micronización se entiende una reducción del tamaño físico hasta el tamaño de partícula deseado por debajo de 50 micras. Para micronizar partículas de café en una suspensión acuosa se puede usar cualquier método adecuado, como p.ej. molienda de bolas, molienda de perlas, molienda de medios agitados, refinador de rodillos y/o molienda por impacto.

El proceso de la presente invención se realiza preferiblemente en condiciones que minimizan la extracción de material soluble de las partículas de café hacia el líquido acuoso de la suspensión. En una forma de ejecución preferida las etapas a) y b) se llevan a cabo a una temperatura de 5-50°C, con mayor preferencia a una temperatura de 5-40°C.

La suspensión de partículas de café micronizadas se puede concentrar eliminando agua, p.ej. mediante evaporación, filtración, o secado por pulverización o liofilización, si se desea una elaboración concentrada o seca. Por ejemplo, la suspensión se puede secar para producir un polvo que sirva como ingrediente en alimentos o bebidas tales como p.ej. los productos de bebidas de café de tipo instantáneo.

En otro aspecto la presente invención se refiere a un proceso para elaborar un producto de café en el cual las partículas de café micronizadas obtenidas por el proceso de la presente invención se mezclan con un extracto de granos de café. El extracto de granos de café con el que se mezclan las partículas de café micronizado puede ser cualquier extracto adecuado para elaborar el producto de café deseado. En una forma de ejecución preferida el extracto se obtiene por extracción de granos de café con agua. El producto de café es preferiblemente una bebida de café, p.ej. un producto de café instantáneo. Por producto de bebida de café se entiende una bebida de café inmediatamente lista para el consumo o un producto que sirve para preparar una bebida de café, p.ej. mediante adición de agua, tal como un café instantáneo. El producto de café puede estar en cualquier forma adecuada, p.ej. en forma líquida o secada. En una forma de ejecución preferida las partículas de café micronizado se mezclan con un extracto de granos de café, de modo que las partículas de café micronizadas constituyen el 2-50% de los sólidos secos de la mezcla. Por ejemplo, si el producto de bebida de café deseado es un producto seco de café instantáneo, el café micronizado puede mezclarse con un extracto de café preparado por métodos usuales de producción de café instantáneo, justo antes del secado del producto, p.ej. por pulverización o liofilización, para elaborar el producto final de café instantáneo que contiene el café micronizado. Así, en una forma de ejecución preferida de la presente invención, las partículas de café micronizado se mezclan con un extracto de granos de café y la mezcla se seca posteriormente para obtener un producto de café seco. El producto de café también puede estar en forma líquida, conocida como producto listo para beber, que se puede consumir directamente tal cual, o en forma de un concentrado líquido que se puede consumir tras diluirlo con agua, leche y/o cualquier otro líquido adecuado. Un concentrado líquido se puede utilizar p.ej. en una máquina expendedora de productos líquidos adecuados. Un concentrado líquido se puede ser utilizar p.ej. en una máquina expendedora de preparación de bebidas a voluntad. Asimismo, un producto de café puede estar en forma de una cápsula que contiene café y se utiliza para preparar una bebida de café en una máquina que funciona por inyección de agua fría o caliente en la cápsula. Una cápsula puede contener p.ej. café instantáneo y café micronizado producido por el método de la presente invención.

En una forma de ejecución preferida la presente invención se refiere a un método para elaborar un producto de café seco, que consiste en: a) preparar una suspensión acuosa de partículas de café que contiene 1-20% de partículas de café y 0,1-30% de sólidos de café soluble disueltos en agua, cuyo contenido total de sólidos es igual o inferior al 40%; b) micronizar la suspensión acuosa de partículas de café que lleva 1-20% de partículas de café y 0,1-30% de sólidos de café soluble disueltos en agua, cuyo contenido total de sólidos igual o inferior al 40%, hasta un tamaño medio de partícula $d_{90,3}$ inferior a 50 micras, a fin de obtener una suspensión de partículas de café micronizadas, mezclando las partículas de café en la etapa a) con sólidos de café soluble obtenidos por extracción separada de granos de café con

agua, y realizando las etapas a) y b) a una temperatura de 5-50°C; c) mezclar las partículas de café micronizadas con un extracto de granos de café; y d) secar la mezcla de partículas de café micronizadas y extracto de granos de café para obtener un producto de café seco.

5 EJEMPLOS

Ejemplo 1: Micronización discontinua en fase acuosa al 6,5% de ST (sólidos totales) para bebidas de café al por menor que contienen un 10% de partículas de café micronizadas (MRC) secadas por pulverización.

10 Se tostó café Robusta (originario de Vietnam) a un valor CTN de 70 y se molió en un molino de rodillos de 3 etapas a un tamaño de partícula $d_{90,3} = 130 \mu\text{m}$ (véase fig. 1). Todas las distribuciones de tamaño de partícula indicadas en este y en los siguientes ejemplos se midieron por difracción láser (Malvern Mastersizer 2000, algoritmo de Fraunhofer, dispersión en aceite TCM). Estas partículas de café molido previamente se mezclaron con agua a una concentración del 5% en peso. Se añadió a la preparación un 1% en peso de extracto de café en polvo (ECP) obtenido por extracción con agua de café tostado y molido, y un 0,5% de extracto de café en polvo rico en ácido clorogénico, obtenido como producto secundario de la descafeinización del café verde en agua. Se preparó una mezcla homogénea con la ayuda de un mezclador de elevado cizallamiento (Ultraturrax, 5 min a 10000 rpm). Se utilizó un molino de bolas planetario de laboratorio (Retsch PM200) para micronizar la suspensión de café. En este caso un volumen de perlas cerámicas. La suspensión de café se introdujo en la cámara de molienda, antes de cerrarla herméticamente. El molino se hizo girar a 500 rpm durante 2, 5, 10 y 30 min para controlar progresivamente la reducción del tamaño, tal como muestra la fig. 2.

Como referencia comparativa se probaron diferentes formulaciones, producidas del modo arriba descrito, excepto lo indicado (véase fig. 2):

- 25 1. Una muestra que contiene solo un 5% de partículas de café en agua, es decir, sin aditivos (línea con cuadrados negros). Se puede observar un equilibrio entre el proceso de molienda y los fenómenos de agregación, debido al cual no se produce ningún descenso de la distribución del tamaño de partícula por encima de un $d_{90,3}$ de $60 \mu\text{m}$.
- 30 2. Una muestra que contiene solo partículas de café y un 1% de ECP, es decir, sin agregar extracto rico en ácidos clorogénicos (línea con triángulos negros). El ECP permite una suspensión estable de partículas primarias con un $d_{90,3}$ inferior a $20 \mu\text{m}$. Con un aporte muy alto de energía dominan las fuerzas cohesivas entre las partículas finas y el ECP no puede evitar la agregación, que se refleja en un aumento del $d_{90,3}$ aparente.
- 35 3. Muestras que incorporan un 1% de extracto de café verde o un 1% de extracto de café de bajo rendimiento, es decir, sin adición de extracto rico en ácido clorogénico, pero con una concentración de tensioactivo mayor que 2 (línea con cuadrados blancos o línea con triángulos blancos). No se observa ninguna ventaja en la estabilidad de la suspensión respecto al caso 2.
- 40 4. Una muestra con un 0,25% de ácido clorogénico purificado en polvo incorporado, es decir, sin ninguna adición de extracto de café (línea con círculos negros). El ácido clorogénico solo no es efectivo como estabilizador de las partículas MRC.
- 45 5. Una muestra con un 1% de ECP y además un 0,25% de ácido clorogénico purificado incorporado, es decir, una combinación de los casos 2 y 4 (línea con estrellas). Esta formulación estabiliza con éxito las partículas MRC, pero no se observa ninguna ventaja significativa sobre la adición de ECP solo (caso 2).
- 50 6. El rendimiento del estabilizador según el caso 2 más un 0,5% adicional del extracto de café enriquecido en ácido clorogénico está indicado por una línea con círculos blancos. Se logra una suspensión estable de café micronizado con un $d_{90,3}$ inferior a $10 \mu\text{m}$.

Las suspensiones estabilizadas de MRC en agua (caso 2 y caso 6) se mezclaron con más café puro soluble en polvo hasta alcanzar una concentración de café del 30% de ST y una proporción de ECP/MRC (en materia seca) igual a 9/1. Luego se usó un secador de pulverización Niro Minor para secar la mezcla, a fin de producir cafés solubles secos en polvo que contenían 10% en peso de MRC.

Tras la reconstitución en una taza (2 g de polvo disuelto en 150 ml de agua hirviendo) se midió de nuevo la distribución del tamaño de partícula para cuantificar los efectos de la agregación después de la reconstitución. Como se muestra en la fig. 3, la suspensión de partículas de MRC se mantiene después del secado por pulverización y la reconstitución. No se observa ningún aumento significativo del $d_{90,3}$, con valores absolutos de $15 \mu\text{m}$ (caso 6) y $25 \mu\text{m}$ (caso 2).

Ensayo de sedimentación

Se prepararon muestras de bebidas con un contenido de 10,3% de MRC reconstituyendo 2 g de polvo en 150 ml de agua Vittel a $T = 25^\circ\text{C}$. Se hizo una prueba de sedimentación midiendo la masa de sedimentos en la taza, depositados en una placa sumergida durante 5 minutos, usando una balanza de sedimentación (Mettler Toledo XP404S Excellence Plus con kit de determinación de densidad, Balance Link Software V 4.02). Cada medición se repitió 5 veces. También se representa como comparación una muestra comercial de café que contiene MRC (Kenco Millicano). El producto de Kenco, que contenía 15% de MRC, se mezcló con ECP para obtener la misma concentración de MRC (10%) que en los casos descritos anteriormente. La medición continua y cuantitativa de la sedimentación de partículas en la taza con la balanza de sedimentación permite evaluar la estabilidad de la dispersión de las partículas micronizadas en la preparación de bebidas al por menor.

Los resultados del ensayo de sedimentación se muestran en la figura 5, comparando la sedimentación de la muestra según la presente invención (caso 2: molido al 6% de ST, usando ECP como estabilizador) con un producto comercial de Kenco Millicano. Así como en la muestra según el caso 2 se observa un aumento muy bajo de la masa de partículas de café sedimentadas, de solo 2 mg en cinco minutos, lo cual significa que el MRC no sedimenta prácticamente en 5 minutos, la muestra comercial de Kenco Millicano presenta un aumento inicial pronunciado de la masa sedimentada, lo cual indica la deposición de agregados. Después de ello se observa un ligero pero continuo aumento de la masa de sedimentos, hasta llegar a un total de 10 mg al cabo de 5 minutos. La masa media de los sedimentos y la desviación estándar de los resultados del ensayo se resumen en la tabla 1.

Ejemplo 2: micronización continua en fase acuosa al 16% de ST para bebidas de café al por menor que llevan un 10% de MRC secadas por pulverización

Se tostó café Robusta (originario de Vietnam) a un valor CTN de 70 y se molió en un molino de rodillos de 3 etapas hasta un tamaño de partícula $d_{90,3} = 130 \mu\text{m}$ (véase fig. 1). Se mezclaron 5 kg de estas partículas de café previamente molido con 25 l de agua. Se añadieron 0,3 kg de extracto de café en polvo (ECP) como estabilizador a la preparación (caso 7). En paralelo se preparó un segundo lote de la misma mezcla, con la única diferencia de no agregar los 0,3 kg de ECP (caso 8). Partiendo de ambas preparaciones se prepararon mezclas homogéneas con ayuda de un mezclador de alto cizallamiento (Ystral). A continuación se introdujo cada mezcla por separado en un molino húmedo de bolas (molino de medios agitados Hosokawa Alpine Hydro 90AHN). Se usaron perlas de cerámica (ZrO_2 , 1,2 mm de tamaño) para moler la suspensión de café en dos pasadas (2500 rpm, caudal de 20 l/h). Después de este proceso de molienda húmeda se obtuvieron suspensiones de café con una distribución de tamaño de partícula caracterizada por un $d_{90,3}$ de 29 μm (caso 7) y 41 μm (caso 8), respectivamente.

De ambas suspensiones de café micronizado en agua se mezclaron 1,5 kg por separado con 4,5 kg de extracto acuoso de granos de café tostado y molido obtenidos mediante un proceso estándar de producción de café soluble, con una concentración de sólidos del 50%, y luego la mezcla se secó por pulverización (NIRO SD-6.3-N) a 160°C para producir cafés solubles secos en polvo que contenían 10% en peso de MRC. Estos cafés en polvo se utilizaron para preparar bebidas de café poniendo 2 g de bebida en polvo en una taza y añadiendo 150 ml de agua hirviendo.

Tras la reconstitución en la taza se midieron de nuevo las distribuciones del tamaño de partícula para cuantificar los efectos de agregación después de la reconstitución. Como se ve en la fig. 4, las suspensiones de partículas de MRC se mantuvieron después del secado por pulverización y la reconstitución. No se observó un aumento significativo del $d_{90,3}$, siendo los valores absolutos de 32 μm (caso 7) y 36 μm (caso 8), respectivamente.

El ensayo de sedimentación descrito en el anterior ejemplo 1 también se realizó con las muestras de los casos 7 y 8. En la figura 5 puede verse que en ambos casos se registra un aumento lento y continuo de la masa de sedimentos. El comportamiento de la muestra con estabilizador (caso 7 - masa total después de cinco minutos: 3 mg) es mejor que la muestra correspondiente sin estabilizador (caso 8 - masa total después de cinco minutos: 4,6 mg).

Ejemplo 3: micronización continua en fase acuosa al 16% de ST para bebidas de café al por menor que llevan un 15% de MRC liofilizadas

Se llevó a cabo un proceso igual al descrito en el caso 7 del ejemplo 2, para obtener una suspensión de partículas de café micronizadas en agua.

De esta suspensión se mezclaron 2,68 kg con 4,5 kg de un extracto acuoso de granos de café tostados y molidos, obtenido mediante un proceso estándar de producción de café soluble, con una concentración de sólidos del 50%; la mezcla se introdujo en una bandeja metálica y luego se liofilizó a -40°C para producir un café soluble seco en polvo que contenía 15% en peso de MRC. El polvo liofilizado se usó para preparar bebidas de café poniendo 2 g de bebida en polvo en una taza y añadiendo 150 ml de agua hirviendo. Después de la reconstitución en la taza se midieron de nuevo las distribuciones del tamaño de partícula para cuantificar los efectos de agregación tras la reconstitución. La suspensión de partículas de MRC se mantuvo después de la liofilización y la reconstitución. No se observó un aumento significativo del $d_{90,3}$, con valores absolutos de 40 μm .

Ejemplo 4: micronización continua en fase acuosa al 33% de ST para bebidas de café al por menor que llevan un 10% de MRC secadas por pulverización

Se tostó café Robusta (originario de Vietnam) a un valor CTN de 70 y se molió en un molino de rodillos de 3 etapas hasta un tamaño de partícula $d_{90,3} = 130 \mu\text{m}$ (véase fig. 1). Se mezcló 1 kg de estas partículas de café previamente molido con 20 kg de extracto de café al 50% de ST y 12,5 kg de agua, dando una suspensión con 33% de sólidos de café (caso 9). Con esta preparación se realizó una mezcla homogénea con un mezclador de alto cizallamiento (Ystral). A continuación la mezcla se introdujo en un molino húmedo de bolas (molino de medios agitados Hosokawa Alpine Hydro 90AHN). Se emplearon perlas cerámicas (ZrO_2 , 1,2 mm de tamaño) para moler la suspensión de café en dos pasadas (2500 rpm, caudal de 20 l/h). Después de este proceso de molienda húmeda se obtuvo una suspensión de café con una distribución de tamaño de partícula caracterizada por un $d_{90,3}$ de 35 μm .

La ventaja de este procedimiento sobre los ejemplos 1 y 2 es que la suspensión procedente del molino de bolas se puede usar directamente como alimentación de la torre de pulverización, sin ninguna etapa adicional de mezcla. Se usó un secador de pulverización NIRO SD-6.3-N a 160°C para producir café soluble seco en polvo que contenía 10% en peso de MRC. El polvo obtenido se utilizó para preparar bebidas de café poniendo 2 g de bebida en polvo en una taza y añadiendo 150 ml de agua hirviendo.

El ensayo de sedimentación descrito en el anterior ejemplo 1 también se realizó con la muestra del caso 9. En la figura 5 puede verse que se registra un aumento lento y continuo de la masa de sedimentos. Después de cinco minutos de tiempo de sedimentación se registraron 6 mg de sedimentos, lo cual demuestra que la muestra molida al 33% de ST (caso 9) todavía tiene una buena estabilidad contra la sedimentación de las partículas.

Ejemplo 5:

Se prepararon 4 composiciones diferentes de bebidas de café seco tal como se indica a continuación. Las muestras se reconstituyeron tal como se describe en el ejemplo 1 y las bebidas reconstituidas se pasaron a través de papel de filtro (papel específico) y se observó visualmente la aparición sobre el papel de filtro de partículas de café agregadas en forma de puntos negros.

Muestra 1:

Preparación: las partículas de café se molieron en seco con la ayuda de un molino de impacto criogénico (Hosokawa Alpine 160 UPZ) hasta un tamaño $d_{90,3} = 50 \mu\text{m}$. El café en polvo micronizado se mezcló luego con un extracto de café concentrado para obtener una suspensión compuesta por 66% de agua, 30% de sólidos de café soluble, 3% de MRC. Se obtuvo una dispersión fina de MRC con la ayuda de un mezclador de alto cizallamiento (Ultraturrax). Luego se usó un secador de pulverización Niro Minor para secar la mezcla y obtener un café soluble seco en polvo que contenía un 10% en peso de MRC.

Aspecto de los agregados: el papel de filtro retuvo unos puntos negros compuestos por partículas de MRC agregadas que se formaron en la taza tras la reconstitución. Su tamaño está comprendido aproximadamente en el intervalo de 100 - 500 μm .

Muestra 2:

Preparación: Se prepararon partículas de café molido tal como se describe en el ejemplo 1. Se mezcló 1 kg de estas partículas de café molido con 20 kg de extracto de café a 50% de ST y 6 kg de agua, dando una suspensión con 41% de sólidos de café. Con esta preparación se realizó una mezcla homogénea con la ayuda de un mezclador de elevado cizallamiento (Ystral). A continuación, la mezcla se introdujo en un molino húmedo de bolas (molino de medios agitados Hosokawa Alpine Hydro 90AHN). Se usaron perlas cerámicas (ZrO_2 , 1,2 mm de tamaño) para moler la suspensión de café en dos pasadas (2500 rpm, caudal de 20 l/h). Después de este proceso de molienda en húmedo se obtuvo una suspensión de café con una distribución de tamaño de partícula caracterizada por un $d_{90,3}$ de 40 μm .

Aspecto de los agregados: el papel de filtro retuvo unos puntos negros compuestos por partículas de MRC agregadas que se formaron en la taza tras la reconstitución. Su tamaño está comprendido aproximadamente en el intervalo de 100 - 200 μm .

Muestra 3:

Preparación: se preparó una composición de bebida en polvo tal como se describe en el caso 7 del ejemplo 3.

Aspecto de los agregados: el papel de filtro no retuvo agregados visibles a simple vista.

Muestra 4:

Preparación: se preparó una composición de bebida en polvo tal como se describe en el caso 9 del ejemplo 4.

Aspecto de los agregados: el papel de filtro retuvo algunos puntos negros, pero ningún agregado visible a simple vista.

La figura 6 muestra imágenes del papel de filtro de cada muestra. La mezcla de partículas micronizadas de café seco con extracto de café antes del secado por pulverización conduce finalmente a la formación de agregados en la taza, que aparecen como puntos negros sobre el papel de filtro. El mismo problema se observa en el caso de las bebidas preparadas con partículas de café micronizadas en fase acuosa con un molino de bolas a una concentración alta de sólidos totales (tal como 42%). En cambio no se encuentran agregados visibles en el caso de las muestras producidas del modo descrito anteriormente (casos 7 y 9).

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para micronizar partículas de café, que consiste en:
- 5 a) preparar una suspensión acuosa de partículas de café que lleva 1-20% de partículas de café y 0,1-30% de sólidos de café soluble disueltos en agua y que tiene un contenido total de sólidos igual o inferior al 40%; y
- b) micronizar la suspensión acuosa de partículas de café que lleva 1-20% de partículas de café y 0.1-30% de sólidos de café soluble disueltos en agua y que tiene un contenido total de sólidos igual o inferior al 40%, hasta un tamaño medio de partícula $d_{90,3}$ inferior a 50 micras para producir una suspensión de partículas de café micronizadas;
- 10 de modo que en la etapa a) las partículas se mezclan con sólidos de café soluble obtenidos mediante una extracción aparte de granos de café con agua y las etapas a) y b) se efectúan a una temperatura de 5-50°C.
2. El proceso de la reivindicación 1, en el cual la suspensión acuosa preparada en la etapa a) contiene 0,1-5% de sólidos de café soluble disueltos en agua.
- 15 3. El proceso de las reivindicaciones 1 y 2, en el cual las partículas de café utilizadas para preparar la suspensión acuosa en la etapa a) son partículas de granos de café tostado y molido.
4. El proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual la suspensión acuosa preparada en la etapa a) contiene 0,1-5% de sólidos de café soluble disueltos en agua, obtenidos como un producto secundario de la descafeinización de granos de café.
- 20 5. El proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual el contenido de sólidos totales de la suspensión acuosa preparada en la etapa a) es del 3-25%.
6. El proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el cual las partículas de café usadas para preparar la suspensión acuosa en la etapa a) tienen un tamaño medio de partícula $d_{90,3}$ igual o superior a 100 micras.
- 25 7. El proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que además consiste en concentrar la suspensión de partículas de café micronizadas mediante la eliminación de agua.
- 30 8. Un proceso para elaborar un producto de café en el cual las partículas de café micronizadas obtenidas por el proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores se mezclan con un extracto de granos de café.
9. El proceso de la reivindicación 8, en el cual las partículas de café micronizado se mezclan con un extracto de granos de café, de manera que las partículas de café micronizado constituyen el 2-50% de los sólidos secos de la mezcla.
- 35 10. El proceso según cualquiera de las reivindicaciones 8 y 9, que además consiste en secar la mezcla de partículas de café micronizadas y extracto de granos de café para obtener un producto de café seco.
- 40

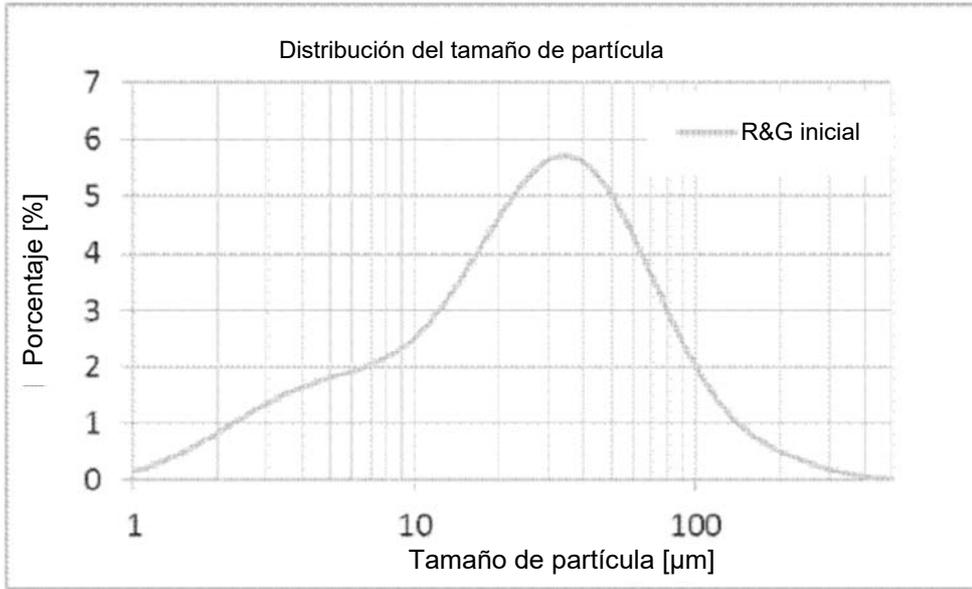


Figura 1

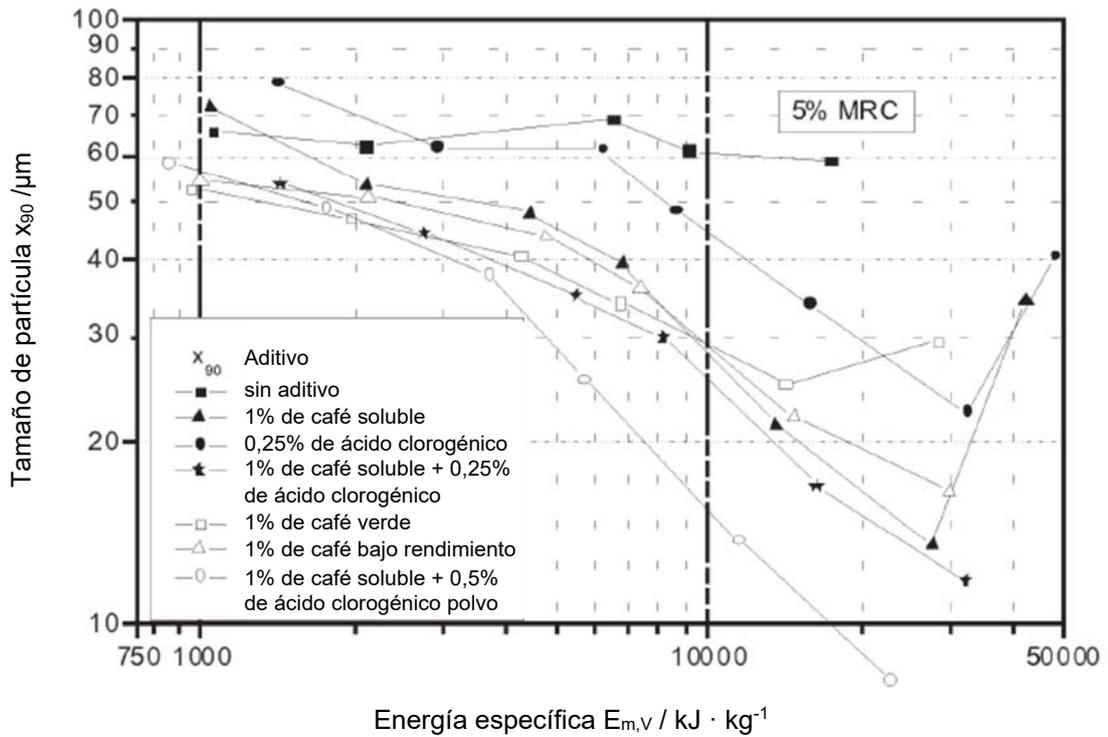


Figura 2

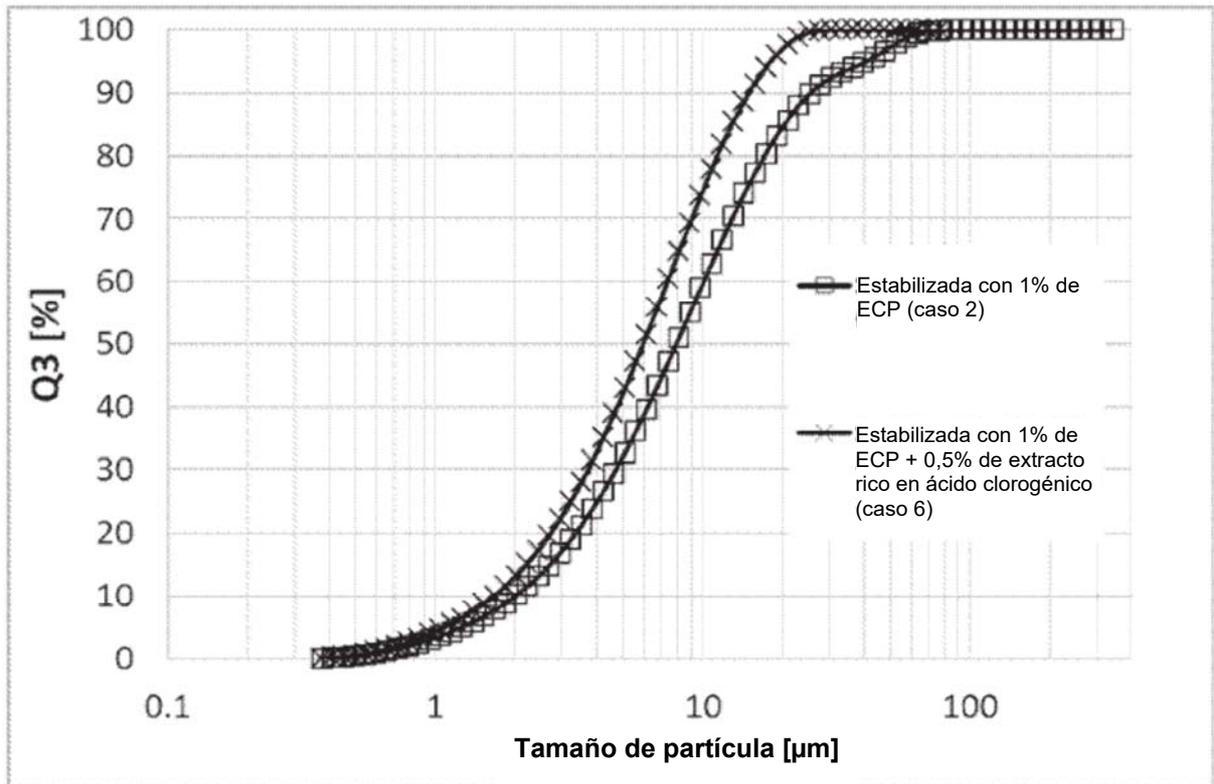


Figura 3

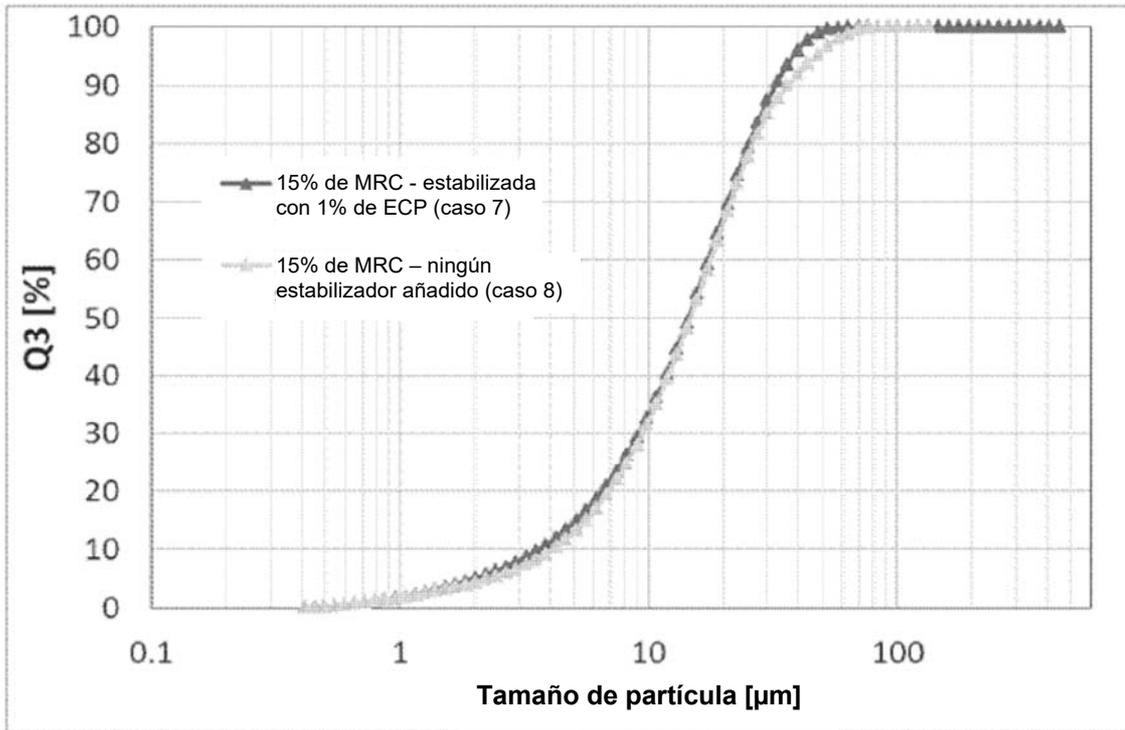


Figura 4

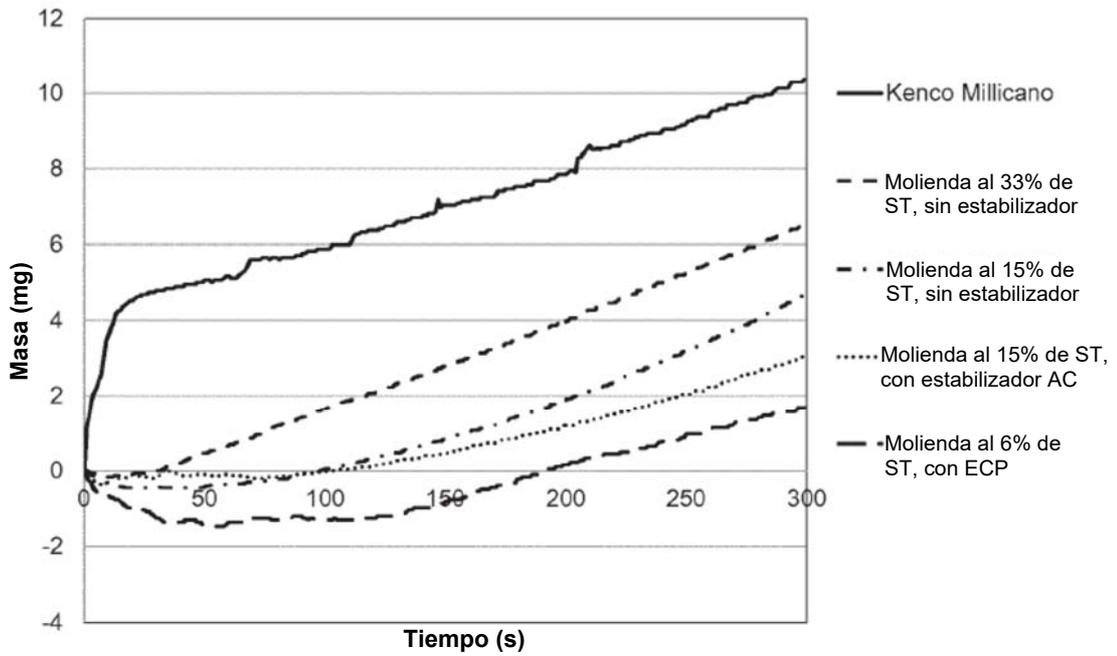


Figura 5

10% de MRC en bebida reconstituida, mezcladas (en seco) con extracto de café (ST33)

10% de MRC en bebida reconstituida, molidas en extracto de café (ST41)

10% de MRC en bebida reconstituida, molidas y estabilizadas en extracto de café (ST15)

10% de MRC en bebida reconstituida, molidas y estabilizadas en extracto de café (ST30)

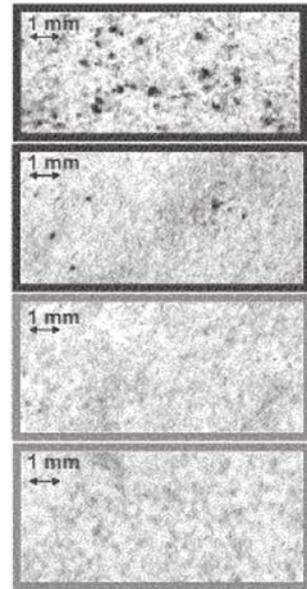


Figura 6