

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 992 029**

51 Int. Cl.:

**A23F 5/14** (2006.01)  
**A23F 5/22** (2006.01)  
**A23F 5/24** (2006.01)  
**A23F 5/26** (2006.01)  
**A23F 5/32** (2006.01)  
**A23F 5/42** (2006.01)  
**B67D 1/00** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.06.2017** **PCT/EP2017/064025**  
87 Fecha y número de publicación internacional: **14.12.2017** **WO17211987**  
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.06.2017** **E 17727922 (1)**  
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.07.2024** **EP 3468379**

54 Título: **Un café instantáneo preparado en frío soluble infundido con nitrógeno y procedimiento de preparación**

30 Prioridad:

**10.06.2016 EP 16173954**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**05.12.2024**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**SAHAI, DEEPAK;**  
**GEHIN-DELVAL, CÉCILE;**  
**MORA, FEDERICO;**  
**SCARLATOS, AMBER, CHRISTINE y**  
**KOLLER, BRETT**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

ES 2 992 029 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

Un café instantáneo preparado en frío soluble infundido con nitrógeno y procedimiento de preparación

## 5 CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de un café seco en polvo con propiedades mejoradas de sabor y estabilidad.

## 10 ANTECEDENTES

Hoy en día, el gas nitrógeno se usa ampliamente para almacenar y dispensar bebidas carbonatadas tales como la cerveza y los refrescos. El café infundido con nitrógeno (por ejemplo, "café nitro") se ha convertido en una bebida popular recientemente. El café nitro es típicamente un café preparado en frío con nitrógeno disuelto. El café preparado en frío se considera un café de bajo rendimiento con rendimientos en el intervalo de 10-15 % y con sólidos de café en el intervalo de 0,5-1,5 %. Esta bebida fría es muy baja en calorías, no contiene azúcar ni alcohol añadidos y es completamente un producto natural. Un aspecto clave de dicha bebida fría es la espuma. Las burbujas de nitrógeno muestran un efecto en cascada espectacular en el café frío, apareciendo primero por nucleación del gas disuelto y hundiéndose hasta el fondo del recipiente (una taza o un vaso), para luego ascender a la superficie y acabar formando una capa de espuma cremosa blanda. Se sabe que los aromas de café en concentrados o listos para beber (RTD, por sus siglas en inglés) no son muy estables, por lo que ofrecer un aroma de alta calidad preparado en frío es todo un desafío. Es más, para el café nitro disponible en la actualidad, se debe realizar una preparación de infusión en frío poco antes de la preparación del café nitro, esto supone un esfuerzo añadido para las cervecerías, cafeterías y/o bares que deben preparar primero una cantidad de infusión en frío líquida, que generalmente es un procedimiento nocturno. Sería ventajoso disponer de una infusión en frío en forma de polvo instantáneo que pudiera preparar en cualquier momento al instante. El café instantáneo es café soluble en polvo que puede disolverse en agua para ofrecer a los consumidores una forma rápida y cómoda de preparar café.

El café se prepara típicamente preparando granos de café tostados y molidos en agua caliente. Las características de sabor del café dependen de muchos factores, entre las que se incluyen las condiciones de tostado, el tamaño de las partículas molidas y el tiempo que los posos de café están en contacto con el agua caliente durante la infusión.

El café instantáneo puede producirse secando dicha infusión para formar un polvo; un procedimiento de secado típico es la liofilización.

Si bien los consumidores valoran el café instantáneo por su comodidad, se sabe que estos tipos de cafés solubles en polvo a menudo tienen características de sabor que son diferentes con respecto a las del café recién elaborado. El café instantáneo, se percibe, de una forma general, como siendo menos fresco por los consumidores a quienes les gusta el café recién elaborado.

Dado que los consumidores muestran una preferencia cada vez mayor por el café recién elaborado o incluso preparado en frío, existe un interés comercial considerable en el desarrollo de cafés instantáneos que tengan características de sabor mejoradas que reproduzcan más fielmente la experiencia de beber cafés recién elaborados de tipo premium, pero que puedan comercializarse ventajosamente, tal como la que consiste en un café seco en polvo estable en el formato existente de un tarro de café. Estos cafés instantáneos mejorados permitirían dirigirse a los consumidores que prefieren el sabor del café recién elaborado o preparado en frío de altísima calidad, pero que les gusta la comodidad del café instantáneo.

Debido a la química del café premium recién elaborado, es muy difícil secarlo y obtener un polvo lo suficientemente estable. Un polvo liofilizado preparado a partir de una infusión de café de tipo premium puede ser altamente higroscópico (atrae y absorbe agua) con tendencia a formar una "torta" o colapsar en el tarro.

Se han usado varias estrategias para tratar de abordar este problema.

Aparte del café nitro descrito anteriormente, el nitrógeno también se usa en pequeñas cantidades en las bebidas envasadas para reemplazar el oxígeno durante el envasado. El documento WO2014176102 describe una bebida aséptica de café o expreso preparada en caliente que contiene pequeñas cantidades de nitrógeno para sustituir el oxígeno en el envase y aumentar la vida útil de la bebida. El documento EP0745329 describe una bebida de café carbonatada que se ha envasado a presión en un recipiente cerrado resistente a la presión, cuya bebida se basa en extracto de café, y donde la bebida de café se ha envasado en el recipiente cerrado en presencia de CO<sub>2</sub> y nitrógeno.

Durante la fabricación convencional de café soluble, la extracción se realiza en dos etapas, el primer extracto se

produce a temperaturas de agua en ebullición o aproximadas y tiene características de sabor similares a las de la infusión. El segundo extracto a partir de los posos preextraídos se produce a temperaturas más altas de aproximadamente 160 °C-204 °C y éste tiene fuertes caracteres de sabor amargo y "procesado".

5 Sin embargo, si bien el primer extracto tiene características deseables, resulta difícil elaborar un polvo de café liofilizado estable usando este extracto solamente debido a su deficiencia en compuestos de alto peso molecular. Por lo tanto, para elaborar un café instantáneo en polvo que tenga una buena estabilidad, ambos extractos se combinan, sacrificando de este modo algunos atributos sensoriales positivos.

10 Una estrategia alternativa para elaborar un café instantáneo en polvo estable usando solamente el primer extracto es añadir agentes espesantes como maltodextrinas. Sin embargo, con este procedimiento, el polvo de café producido ya no es "100 % café" y éste no se puede etiquetar como tal.

El documento US 2016/007626 A1 describe un procedimiento de elaboración de café que comprende: extraer un café  
15 preparado en frío de los granos de café; cargar gas nitrógeno en el café preparado en frío; y enfriar el café preparado en frío donde se disuelve gas nitrógeno para formar un café cargado con nitrógeno.

El documento WO 2013/019676 A2 se refiere a un procedimiento de producción de un café instantáneo, comprendiendo el procedimiento: añadir agua con una temperatura de menos de 47,2 °C (117 °F) a los granos de café  
20 molidos para dar como resultado una suspensión con componentes líquidos y sólidos; mantener la suspensión a una temperatura por debajo de 47,2 °C (117 °F) durante al menos una hora; separar el componente líquido de la suspensión del componente sólido, para producir un extracto de café líquido; y someter el extracto de café líquido a un procedimiento de secado para eliminar el agua del extracto de café líquido, para producir un extracto de café sólido que se puede usar como un café instantáneo.

25 El documento WO 00/69274 A1 describe un sistema de bebidas para proporcionar una bebida de café, comprendiendo el sistema de bebidas: un concentrado a base de café que tiene una concentración de sólidos solubles de café de al menos 10 % en peso y del que se ha eliminado el aroma de café; y aroma de café separado del concentrado a base de café; siendo el concentrado a base de café y el aroma de café combinables tras la reconstitución para proporcionar  
30 una bebida de café.

Por lo tanto, existe la necesidad en la técnica de café instantáneo en polvo soluble mejorado y procedimientos para su producción, que no experimenten los inconvenientes descritos anteriormente.

### 35 RESUMEN DE LA INVENCION

La presente invención aborda los problemas anteriores de la técnica anterior (frescura y estabilidad) al proporcionar un procedimiento de preparación de un polvo de café seco, el polvo de café seco puede obtenerse mediante el  
40 procedimiento y el uso del polvo de café seco para producir una bebida de café que se infunde con nitrógeno, como se define en las reivindicaciones adjuntas.

El procedimiento de preparación de un polvo de café seco comprende las etapas de: (i) extraer sólidos de café a partir de granos de café tostados y molidos usando agua a una temperatura de entre 0 y 110 °C para obtener un primer  
45 extracto de café; (ii) filtrar el primer extracto de café usando una membrana selectivamente permeable que tiene un corte de peso molecular de 0,1-100 kDa para reducir la concentración de sólidos de café de bajo peso molecular que pasan a través del filtro forman un permeado y sólidos de café de alto peso molecular que son retenidos por el filtro forman un retenido; y (iii) secar el retenido para formar un polvo de café seco; donde el polvo de café seco tiene una relación de concentración de componentes que tienen un peso molecular superior a 1 kDa a componentes que tienen un peso molecular inferior a 1 kDa de al menos 5.

50 En la presente invención, el extracto de café se hace pasar a través de una membrana que tiene un corte de peso molecular de 0,1-100 kDa. La membrana puede ser de material orgánico o inorgánico.

En la presente invención, el polvo de café seco tiene una relación de concentración de componentes que tienen un  
55 peso molecular superior a 1 kDa a componentes que tienen un peso molecular inferior a 1 kDa de al menos 5.

En una realización, el extracto de café filtrado se concentra antes del secado, por ejemplo, por ósmosis inversa o evaporación al vacío a baja temperatura.

60 En una realización, el extracto de café filtrado se seca usando liofilización, secado con banda de vacío o secado por pulverización.

En una realización, el aroma de café se recupera antes de la filtración y posteriormente se mezcla con el extracto de café filtrado antes del secado.

#### DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

5

La Figura 1 presenta un diagrama de flujo que muestra un procedimiento ilustrativo según la invención.

La Figura 2 presenta un cromatograma SEC de un extracto de café producido usando agua a una temperatura de 25 °C.

10

La Figura 3 presenta una medición del volumen de espuma frente al tiempo usando un extracto de café infundido con nitrógeno de la presente invención.

#### DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

15

Según la presente invención, el término "bebida" significa cualquier material líquido acuoso no carbonatado que es un líquido homogéneo sustancialmente libre de sólidos con un sabor debido a los componentes disueltos.

Según la presente invención, dispensar la bebida fría significa abrir un grifo/columna de succión del sistema para permitir que la bebida "infundida con nitrógeno" fría fluya del sistema a un recipiente tal como un vaso, taza u otro recipiente para beber. A lo largo de la siguiente descripción, la expresión "infundido/a con nitrógeno" se usará para describir una bebida de café rica en nitrógeno que tiene una bebida infundida con N<sub>2</sub> o N<sub>2</sub>O o N<sub>2</sub>/CO<sub>2</sub> o N<sub>2</sub>/N<sub>2</sub>O/CO<sub>2</sub>. Si una realización hace referencia específicamente a una mezcla de N<sub>2</sub>/CO<sub>2</sub> o específicamente a sólo una infusión con N<sub>2</sub>, se describe explícitamente la composición de gas real.

25

La dispensación de la bebida fría infundida con nitrógeno es un elemento de la presente descripción donde la reducción de la presión sobre la bebida infundida con gas permite la nucleación del gas disuelto produciendo microburbujas que dan como resultado propiedades únicas que distinguen la bebida dispensada por la mejora del sabor y/o aspecto de la bebida. Por poner un ejemplo, el aspecto de la espuma y la estabilidad de la espuma con el tiempo y el sabor y el aroma del café suministrado a través de esta bebida.

30

El término "anhidrocarbohidrato" se refiere a la distribución de carbohidratos esencialmente de manosa, arabinosa y galactosa. El contenido total varía de 10 a 20 % p/p. En una realización, la distribución de carbohidratos del café de la presente invención puede comprender, por poner un ejemplo, aproximadamente 15,7 % p/p que comprende esencialmente 6,1 % de manosa; 6 % de galactosa y 2,6 % de arabinosa. En otra realización, la distribución de carbohidratos del café de la presente invención puede comprender, por poner un ejemplo, aproximadamente 10,7 % p/p, que comprende esencialmente 3,3 % de manosa; 4 % de galactosa y 3 % de arabinosa. El contenido de anhidrocarbohidratos se determina mediante cromatografía de alta presión usando una fase estacionaria de intercambio aniónico con detección amperométrica y después de una hidrólisis competitiva de la muestra. La distribución del peso molecular de los carbohidratos se realizó usando cromatografía de exclusión por tamaño. A continuación, hidrólisis en línea con ácido sulfúrico añadiendo 3,5 dihidroxitolueno con detección colorimétrica. Por lo tanto, la respuesta es proporcional a los monómeros de carbohidratos totales, ya que el 3,5 dihidroxitolueno es selectivo con los carbohidratos.

35

40

La presente invención proporciona un polvo de café seco que puede obtenerse mediante un procedimiento que comprende (i) extraer sólidos de café a partir de granos de café tostados y molidos usando agua a una temperatura de entre 0 y 110 °C para obtener un primer extracto de café; (ii) filtrar el primer extracto de café usando una membrana selectivamente permeable que tiene un corte de peso molecular de 0,1-100 kDa para reducir la concentración de componentes de bajo peso molecular, donde los sólidos de café de bajo peso molecular que pasan a través del filtro forman un permeado y los sólidos de café de alto peso molecular que son retenidos por el filtro forman un retenido; y (iii) secar el retenido para formar un polvo de café seco; donde el polvo de café seco tiene una relación de concentración de componentes que tienen un peso molecular superior a 1 kDa a componentes que tienen un peso molecular inferior a 1 kDa de al menos 5.

50

Los presentes inventores han descubierto que un polvo de café seco adecuado para su uso como un café instantáneo y que tiene características de sabor altamente deseables del café preparado se puede preparar usando filtración por membrana para reducir la concentración de componentes de bajo peso molecular (LMW, por sus siglas en inglés) en un extracto de café preparado antes de un procedimiento de secado. El polvo de café seco producido tiene buenas características de estabilidad y baja higroscopicidad, lo que permite su almacenamiento durante largos períodos de tiempo y lo hace adecuado para su uso como café instantáneo. Por otra parte, se descubrió de manera sorprendente que el gas nitrógeno infundido y el extracto producido a partir del polvo de café seco proporcionan un mejor volumen de espuma que es estable con el tiempo.

60

El procedimiento de filtración por membrana reduce la concentración de componentes de LMW y proporciona un aumento concomitante en la relación de componentes de alto peso molecular (HMW, por sus siglas en inglés) a componentes de LMW en el extracto de café filtrado.

5

Mediante el uso de filtración por membrana para reducir la concentración de componentes de bajo peso molecular en el extracto de café preparado, se obtiene un café instantáneo en polvo estable.

La extracción es el procedimiento mediante el cual se extraen sólidos de café (por ejemplo, sólidos de café solubles) de granos de café tostados y molidos, generalmente con agua, para formar una solución denominada extracto de café.

10

El procedimiento de la invención se lleva a cabo usando un extracto a baja temperatura de granos de café tostados y molidos. Como se usa en esta invención, la expresión "extracto a baja temperatura" es un extracto de café obtenido usando agua a una temperatura de entre 0 y 110 °C.

15

El procedimiento de la invención usa filtración por membrana para reducir la concentración de componentes de bajo peso molecular del extracto de café. Por tanto, el extracto de café se hace pasar sobre una membrana que es selectivamente permeable a los componentes de LMW del extracto de café, permitiendo que estos se separen y reduciendo así su concentración en el extracto de café. Al reducir la concentración de componentes de LMW, hay un aumento concomitante en la relación de componentes de HMW a LMW.

20

La expresión "componente de bajo peso molecular" se refiere a compuestos presentes en un extracto de café (sólidos de café) que tienen un peso molecular inferior a aproximadamente 1 kDa (por ejemplo, menos de aproximadamente 0,9, 0,8, 0,7, 0,6 o 0,5 kDa), y la expresión "componente de alto peso molecular" se refiere a compuestos presentes en un extracto de café (sólidos de café) que tienen un peso molecular mayor de aproximadamente 1 kDa (por ejemplo, mayor de aproximadamente 1,1, 1,2, 1,3, 1,4 o 1,5 kDa).

25

Los presentes inventores han descubierto que se produce un polvo de café seco que tiene propiedades particularmente ventajosas (tales como propiedades de estabilidad ventajosas) cuando se produce una relación de concentración de componentes que tienen un peso molecular superior a 1 kDa a componentes que tienen un peso molecular inferior 1 kDa de al menos 5 (como se define por la técnica de cromatografía de exclusión por tamaño) (por ejemplo, al menos 5, al menos 5,5, al menos 6, al menos 6,5 o al menos 7).

30

En la presente invención, el procedimiento comprende las etapas de: (i) extraer sólidos de café a partir de granos de café tostados y molidos usando agua a una temperatura de entre 0 y 110 °C, para obtener un primer extracto de café; (ii) filtrar el primer extracto de café usando una membrana selectivamente permeable que tiene un corte de peso molecular de 0,1-100 kDa para reducir la concentración de componentes de bajo peso molecular, donde los sólidos de café de bajo peso molecular que pasan a través del filtro forman un permeado y los sólidos de café de alto peso molecular que son retenidos por el filtro forman un retenido; y (iii) secar el retenido para formar un polvo de café seco; donde el polvo de café seco tiene una relación de concentración de componentes que tienen un peso molecular superior a 1 kDa a componentes que tienen un peso molecular inferior a 1 kDa de al menos 5.

35

40

El procedimiento de la presente invención comprende una extracción a baja temperatura usando agua, a una temperatura de entre 0 y 110 °C, para obtener un primer extracto de café.

45

El agua está a una temperatura de entre 0 y 110 °C (por ejemplo, entre 20 y 50 °C, entre 10 y 40 °C, entre 20 y 40 °C, o entre 20 y 30 °C). En una realización, el agua está a una temperatura de aproximadamente 10, aproximadamente 15, aproximadamente 20, aproximadamente 25, aproximadamente 30, aproximadamente 35, aproximadamente 40, aproximadamente 45 o aproximadamente 50 °C.

50

Los granos de café tostados se muelen antes de la extracción. Puede usarse cualquier grano adecuado. Los procedimientos de tueste y molido de granos de café para obtener las características deseadas son bien conocidos en la técnica.

La extracción se puede llevar a cabo en cualquier recipiente de extracción adecuado, por ejemplo, reactores de lecho fijo o extractores continuos a contracorriente.

55

El rendimiento de extracción de un extracto de café se refiere al porcentaje de sólidos de café que se transfieren (es decir, se extraen) al agua durante la etapa de extracción. El rendimiento de extracción se puede controlar usando la temperatura del agua de extracción y la relación de agua a granos. Los inventores han descubierto que los extractos de café producidos con un bajo rendimiento proporcionan características de sabor particularmente ventajosas cuando se usan en el procedimiento de la invención.

60

Después de la extracción, se obtiene un "primer extracto de café". El primer extracto de café se filtra usando una membrana, lo que permite una reducción en la concentración de componentes de LMW (por ejemplo, los componentes tienen un peso molecular inferior a aproximadamente 1 kDa). La membrana es selectivamente permeable con un valor de corte de peso molecular que permite que solamente los componentes de LMW pasen a través de la membrana. En una realización, la membrana tiene un corte de peso molecular de 1 kDa, lo que significa que los compuestos que tienen un peso molecular superior a aproximadamente 1 kDa son retenidos por la membrana.

Por tanto, los sólidos de café que tienen un peso molecular inferior al valor de corte de peso molecular de la membrana (es decir, los componentes de LMW del extracto de café) pueden pasar a través del filtro, mientras que los sólidos de café que tienen un peso molecular superior al valor de corte de peso molecular de la membrana (es decir, los componentes de HMW del extracto de café) no pueden pasar a través del filtro y, por lo tanto, quedan retenidos en el extracto de café. Por lo tanto, la filtración que usa dicha membrana selectivamente permeable separa el extracto de café en dos fracciones diferentes: la fracción de LMW que pasa a través del filtro se denomina permeado, mientras que la fracción de HMW que es retenida por el filtro se denomina retenido.

El permeado se puede reciclar alternativamente para su uso en un producto de café separado.

Como se analizó anteriormente, los presentes inventores han descubierto que se produce un polvo de café seco que tiene propiedades particularmente ventajosas (tales como propiedades de estabilidad) cuando la relación de concentración de componentes de HMW que tienen un peso molecular superior a aproximadamente 1 kDa a la concentración de componentes de LMW que tienen un peso molecular inferior a aproximadamente 1 kDa es de al menos 5 (por ejemplo, al menos 5, al menos 5,5, al menos 6, al menos 6,5 o al menos 7).

Para mejorar la eficiencia del procedimiento de filtración, el retenido puede reciclarse y someterse al procedimiento de filtración varias veces.

La etapa de filtración puede llevarse a cabo usando filtración de flujo cruzado, en la que el flujo de fluido es tangencial a la superficie de la membrana, o usando filtración en el "punto muerto", donde el flujo de fluido es perpendicular a la membrana o cualquier otra técnica de fraccionamiento de membrana.

Las membranas adecuadas para su uso en el procedimiento de la invención incluyen membranas de nanofiltración que tienen un corte de peso molecular de 0,1-100 kDa.

Las especificaciones de una membrana adecuada ilustrativa son las siguientes:

Tabla 1: Un ejemplo de las propiedades de la membrana

Parámetro	Especificación
Rechazo de sacarosa a 0,48-0,99 MPa (70-145 psi)	45-75 %
Rechazo de NaCl a 0,48-0,99 MPa (70-145 psi)	50-60 %
Intervalo de pH operativo	2-11
Intervalo de pH de limpieza	1-12
Temperatura máxima de limpieza	50 °C
Temperatura de funcionamiento típica	5-50 °C
Concentración máxima de cloro	<100 ppm

Los tamaños de membrana adecuados variarán dependiendo de la escala del procedimiento de producción.

Se puede llevar a cabo una etapa de diafiltración en combinación con la etapa de filtración. Una etapa de diafiltración consiste en añadir agua de dilución al producto retenido y a continuación eliminar una fracción de permeado equivalente a la cantidad de agua de dilución añadida.

Después de la etapa de filtración, el retenido (es decir, el extracto de café filtrado) se seca para formar un polvo de café soluble.

Procedimientos adecuados para secar un extracto de café para producir un polvo de café soluble (un café instantáneo) son conocidos en la técnica e incluyen liofilización y secado por pulverización. Por tanto, en una realización, el extracto de café filtrado se liofiliza para formar un polvo de café seco. En una realización, el extracto de café filtrado se seca por pulverización para formar un polvo de café seco.

5

En un procedimiento de liofilización, un extracto de café líquido se congela de aproximadamente -20 °C a aproximadamente -40 °C, antes de calentarse en condiciones de baja presión. La aplicación de bajas presiones permite eliminar el componente de agua congelada (por ejemplo, por sublimación) sin necesidad de altas temperaturas, lo que podría degradar el sabor y otras características del extracto de café.

10

El secado por pulverización es una alternativa a la liofilización. En el secado por pulverización, se pulveriza un extracto de café líquido a través de una pequeña boquilla en un gas de secado calentado. Esto produce partículas de café secas que pueden recogerse posteriormente.

15 El procedimiento de la invención puede comprender una etapa de concentración adicional antes de la etapa de secado. Dicha etapa de concentración se puede usar para aumentar la resistencia del extracto de café y mejorar las características de sabor. Por tanto, en una realización, el extracto de café filtrado (el retenido) se concentra antes del secado, opcionalmente mediante ósmosis inversa o evaporación al vacío a baja temperatura, concentración de congelación o cualquier otra técnica conocida en la técnica.

20

El aroma del café proviene de los múltiples compuestos químicos diferentes que conforman los componentes del aroma. El aroma del café es una cualidad importante que puede influir en el sabor y la percepción del café por parte de los consumidores. Si un producto de café carece del aroma habitualmente asociado con el mismo, la percepción del café por parte del consumidor puede verse afectada negativamente. Esto puede ser un problema en el sector del

25 café instantáneo, donde los procedimientos de extracción, concentración y secado pueden reducir o eliminar el aroma del café. Por estas razones, puede ser ventajoso recuperar los aromas de café que se desprenden durante el procesamiento del café y reintroducir estos aromas en el extracto de café antes de proceder al secado.

Por tanto, en una realización, el aroma de café se extrae de los granos de café tostados y molidos antes de la extracción de los sólidos de café, y dicho aroma de café se mezcla posteriormente con el extracto de café filtrado antes del secado.

30

En la técnica se conocen procedimientos para extraer aromas de café y posteriormente reintroducirlos en extractos de café antes del secado. Un ejemplo de un procedimiento adecuado es la extracción al vacío (VAX). Los procedimientos de recuperación de los aromas de café se describen en los documentos WO 1999/052378 y WO 2001/013735.

35

El polvo de café seco de la invención tiene buenas propiedades de estabilidad, lo que lo hace adecuado para su uso como un café instantáneo. El café instantáneo suele envasarse y venderse en tarros, que se almacenan a temperatura ambiente durante largos períodos de tiempo. Por tanto, en una realización, el polvo de café seco de la invención es

40 ventajosamente estable a temperatura ambiente durante al menos seis meses.

40

## EJEMPLOS

Diversas características y realizaciones preferidas de la presente invención se describirán ahora a modo de ejemplos no limitativos.

45

### Ejemplo 1

Preparación de un polvo de café seco.

50

En la Figura 1 se muestra un diagrama de flujo ilustrativo.

Los granos de café estaban tostados y molidos. El aroma de café se extrajo de los granos tostados y molidos mediante un procedimiento de extracción al vacío; el aroma de café se almacenó para su posterior reintroducción en el

55 procedimiento.

55

Los posos tostados extraídos, provistos de aroma, se introdujeron en un extractor y los sólidos de café se extrajeron usando agua a una temperatura de 25 °C usando una relación de agua a café de 4,0.

60 El extracto de café obtenido anteriormente se sometió a continuación a un procedimiento de nanofiltración usando una membrana semipermeable con un corte de peso molecular de 1 kDa. Los componentes de bajo peso molecular se filtraron en el permeado, mientras que los componentes de alto peso molecular permanecieron en el retenido.

60

El extracto de café filtrado en forma del retenido comprendía la concentración de HMW y la concentración de componentes de LMW en una relación de aproximadamente 5 (HMW a LMW, como se define por la técnica SEC).

5 El extracto de café filtrado se liofilizó para producir un polvo de café seco estable.

### Ejemplo 2

Preparación usando diferentes membranas

10

Se usaron varias membranas de ultrafiltración (UF) y nanofiltración (NF) polimérica con cortes de peso molecular (MWCO, por sus siglas en inglés) que varían entre 500 y 20.000 Da para fraccionar el extracto de café preparado en frío durante una serie de experimentos preliminares de identificación selectiva a escala de laboratorio. Los fraccionamientos se realizaron en un conjunto de placa y marco equipado con 84 cm<sup>2</sup> de área de membrana y operado

15

a temperaturas entre 10-60°C y presiones de hasta 30 bares.

Los resultados de las pruebas de identificación selectiva iniciales identificaron la membrana NF (corte de peso molecular de 1 kDa) como una membrana particularmente adecuada para el fraccionamiento del extracto de café a baja temperatura. La selección de la membrana se basó en su rendimiento en términos de flujo de permeación, capacidad de limpieza y su capacidad para fraccionar y separar lo suficiente los compuestos de café de bajo peso molecular en el permeado para que el retenido obtenido se pueda usar para elaborar un producto susceptible de

20

### Ejemplo 3

25

Preparación de prototipos de polvo de café seco.

Los ensayos de extracción se realizaron usando extracción a escala de planta piloto. Para evaluar el impacto de la temperatura en los extractos, se realizaron tres ensayos para producir extractos de café a temperaturas de 25°, 50° y

30

85 °C.

El extracto resultante se fraccionó usando un sistema de nanofiltración a escala copiloto de 2 módulos (área de membrana de 11 m<sup>2</sup>) operado en modo discontinuo a temperatura ambiente. Se logró un factor de concentración (CF, por sus siglas en inglés) de 4,0 durante el fraccionamiento inicial. El retenido se sometió adicionalmente a diafiltración para lavar más compuestos de bajo peso molecular del retenido. La etapa de diafiltración consistió en añadir agua de dilución al producto retenido y a continuación eliminar una fracción de permeado equivalente a la cantidad de agua de dilución añadida.

35

Los resultados del rendimiento de la membrana en términos de flujo de permeación, recuperación de sólidos se resumen en la Tabla 2.

40

Tabla 2: Rendimiento de la membrana para producir fracciones de extracto de café  
Rendimiento del flujo de permeación durante la nanofiltración de pre-extractos E1

Ensayo n.º	Condiciones de procesamiento	Extracción de planta piloto de célula única			
		Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Ensayo 4
Extracción	Temp. °C	85	50	25	25
	Sólidos totales	4,51	3,9	2,41	2,1
Nanofiltración	Presión aplicada (bar)	17-30	8 a 26	10 a 20	10 a 18
	Flujo promedio, l/m <sup>2</sup> .h	6,1	7,8	8,3	8,2
	Flujo promedio de diafiltración	6,8	6,8	7,3	7,5



Se añadió aroma al retenido diafiltrado para elaborar los polvos liofilizados aromatizados.

#### Ejemplo 4

- 5 Análisis de cromatografía de exclusión por tamaño (SEC, por sus siglas en inglés).

Se usó la cromatografía de exclusión por tamaño para analizar los extractos de café filtrados producidos usando el procedimiento de la invención.

- 10 El extracto de café se separó usando dos columnas de exclusión por tamaño (Superose 60 y Superdex Peptide de GE Healthcare) conectadas en serie en una HPLC (cromatografía líquida de alto rendimiento). Se usó agua como fase móvil a un caudal de 0,5 ml/minuto. Los picos se visualizaron usando un detector de índice de refracción. El tiempo de ejecución para el cromatograma fue de 120 minutos.

- 15 Fue posible visualizar los compuestos que forman el extracto de café. El cromatograma SEC mostró dos grupos de picos distintos (Figura 3). El material que se eluyó antes de 60 minutos comprendió compuestos de alto peso molecular, mientras que el grupo de picos que se eluyó después de 60 minutos fueron compuestos de bajo peso molecular.

Se determinó el área del pico bajo los dos grupos de picos. Se calculó la relación de las áreas de pico para los picos

- 20 de los materiales de alto peso molecular (HMW) y los picos de los materiales de bajo peso molecular (LMW).

Se analizó un extracto de café producido para su uso en el procedimiento de la invención (25 °C) usando esta técnica. El cromatograma SEC fue como se muestra en la Figura 3. Se visualizó el grupo de picos de alto peso molecular y los grupos de picos de bajo peso molecular y se calculó que la relación de los compuestos de alto peso molecular a los

- 25 compuestos de bajo peso molecular era de 5,0.

El retenido producido usando una membrana con diafiltración se liofilizó adicionalmente en un polvo de café seco. El extracto filtrado formó una materia en polvo relativamente estable en comparación con la materia en polvo producida a partir del extracto sin filtración por membrana.

30

#### Ejemplo 5

##### Muestra de referencia

- 35 Se preparó una bebida de café reconstituyendo un polvo de café soluble infundido con nitrógeno como se describe en el documento WO2009/040249. Este polvo se usó como referencia.

Se obtuvo una composición líquida usando 1,3 % en peso del polvo estable elaborado con gránulos de café solubles cargados con N<sub>2</sub>, dispersos en agua a 4 °C. La disolución es deficiente y algunos grumos son visibles tanto en la

- 40 bebida como en la espuma. El nivel de espuma es muy bajo y las burbujas son muy polidispersas.

#### Ejemplo 6

##### Preparación de una bebida de café frío infundido con gas nitrógeno.

45

Se preparó una solución de café de 30 litros, con una dosificación de 1,3 % de sólidos de café, en agua fría usando el polvo estable descrito en el ejemplo 1. Esta solución se puso en un barril a presión a 3-4 bar usando gas nitrógeno. El barril se puso en una cámara frigorífica a 4-8 °C durante 48 horas. La presión se verificó regularmente para garantizar un mínimo de 3 bares. Después de 48 horas, el barril se conectó a un grifo de cerveza estándar y a la botella de

- 50 nitrógeno para liberar el líquido a través del grifo de cerveza. La bebida se sirvió en una taza de cristal. Se constató una agradable bebida espumosa y cremosa con cascada de espuma.

##### Caracterización de la bebida

- 55 La bebida se dispensa a través del grifo en forma de una espuma homogénea formada por finas burbujas dispersas homogéneamente por toda la bebida.

Tras la producción de la bebida, las burbujas se convierten en crema instantáneamente debido a la diferencia de densidad entre el aire y la fase líquida continua.

60

Al cabo de 3 minutos, una gran mayoría de las burbujas se ha convertido en crema formando una capa de espuma en la parte superior de la bebida: la crema de café.

La crema de café evoluciona con el tiempo debido a la coalescencia de las burbujas, la maduración de Ostwald y el drenaje de líquidos.

- 5 Con el fin de caracterizar la bebida, se usó la fotometría. Se realiza una imagen fotográfica de la muestra usando CoffeeCam (Newtone Technologies, Francia) desde la vista superior y/o lateral en un entorno de luz controlada, seguido de un análisis de imagen robusto y preciso en el espacio colorimétrico de CIE Lab.

- 10 En el caso específico de la detección de capas (es decir, una crema de café encima de una fase de café líquido), una capa puede considerarse como una discontinuidad de color en la bebida.

La espuma también se caracteriza por su textura con un reómetro estándar (Discovery HR2, TA Instruments, EE. UU.) con una geometría de copa y paleta. Se realiza una curva de flujo de 0,1 hasta 100 s<sup>-1</sup>.

- 15 La viscosidad de alto cizallamiento y el límite elástico se usan para definir la reología de la espuma.

La Figura 3 muestra la espumabilidad y la medición de la estabilidad de la espuma para la bebida de la presente invención.

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento de preparar un polvo de café seco, comprendiendo el procedimiento las etapas de:
  - 5 (i) extraer sólidos de café a partir de granos de café tostados y molidos usando agua a una temperatura de entre 0 y 110 °C, para obtener un primer extracto de café;
  - (ii) filtrar el primer extracto de café usando una membrana selectivamente permeable que tiene un corte de peso molecular de 0,1-100 kDa para reducir la concentración de componentes de bajo peso molecular, donde los sólidos de café de bajo peso molecular que pasan a través del filtro forman un permeado y los sólidos de café de alto peso
  - 10 molecular que son retenidos por el filtro forman un retenido; y
  - (iii) secar el retenido para formar un polvo de café seco;
- donde el polvo de café seco tiene una relación de concentración de componentes que tienen un peso molecular superior a 1 kDa a componentes que tienen un peso molecular inferior a 1 kDa de al menos 5.
- 15 2. Un procedimiento según la reivindicación 1, donde la membrana selectivamente permeable tiene un corte de peso molecular de 1 kDa.
3. Un procedimiento según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, donde el extracto de café filtrado, que
- 20 es el retenido, se concentra antes del secado.
4. Un polvo de café seco que puede obtenerse mediante el procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3.
- 25 5. Uso del polvo de café seco según la reivindicación 4 para producir una bebida de café infundido con nitrógeno.

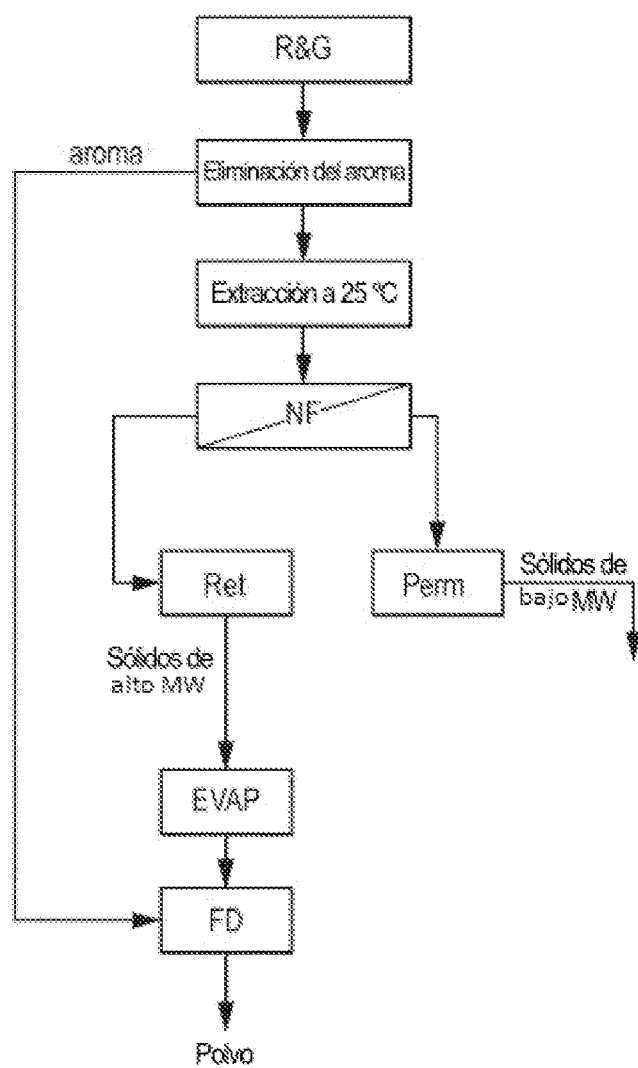


FIG. 1

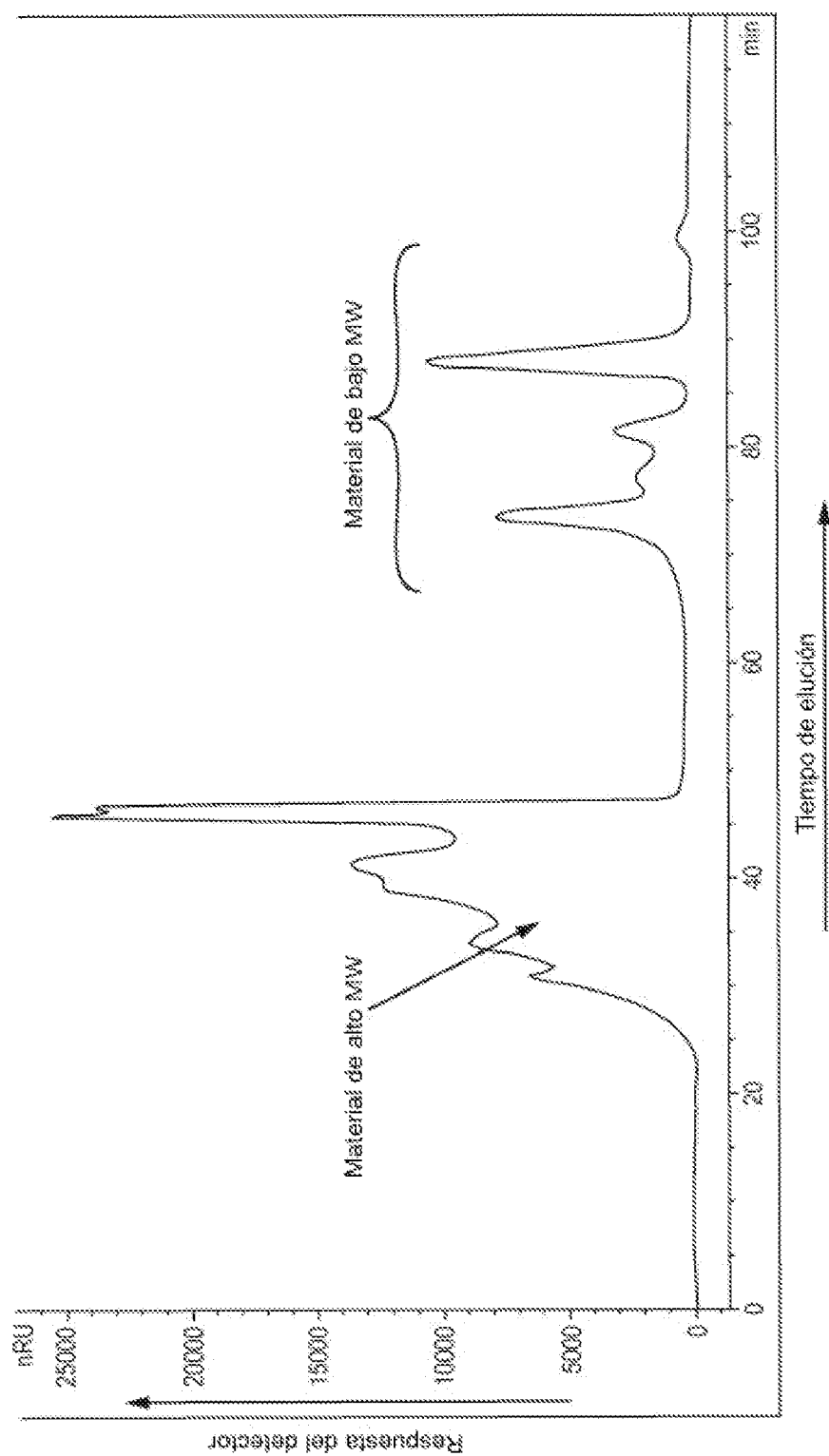


FIG. 2

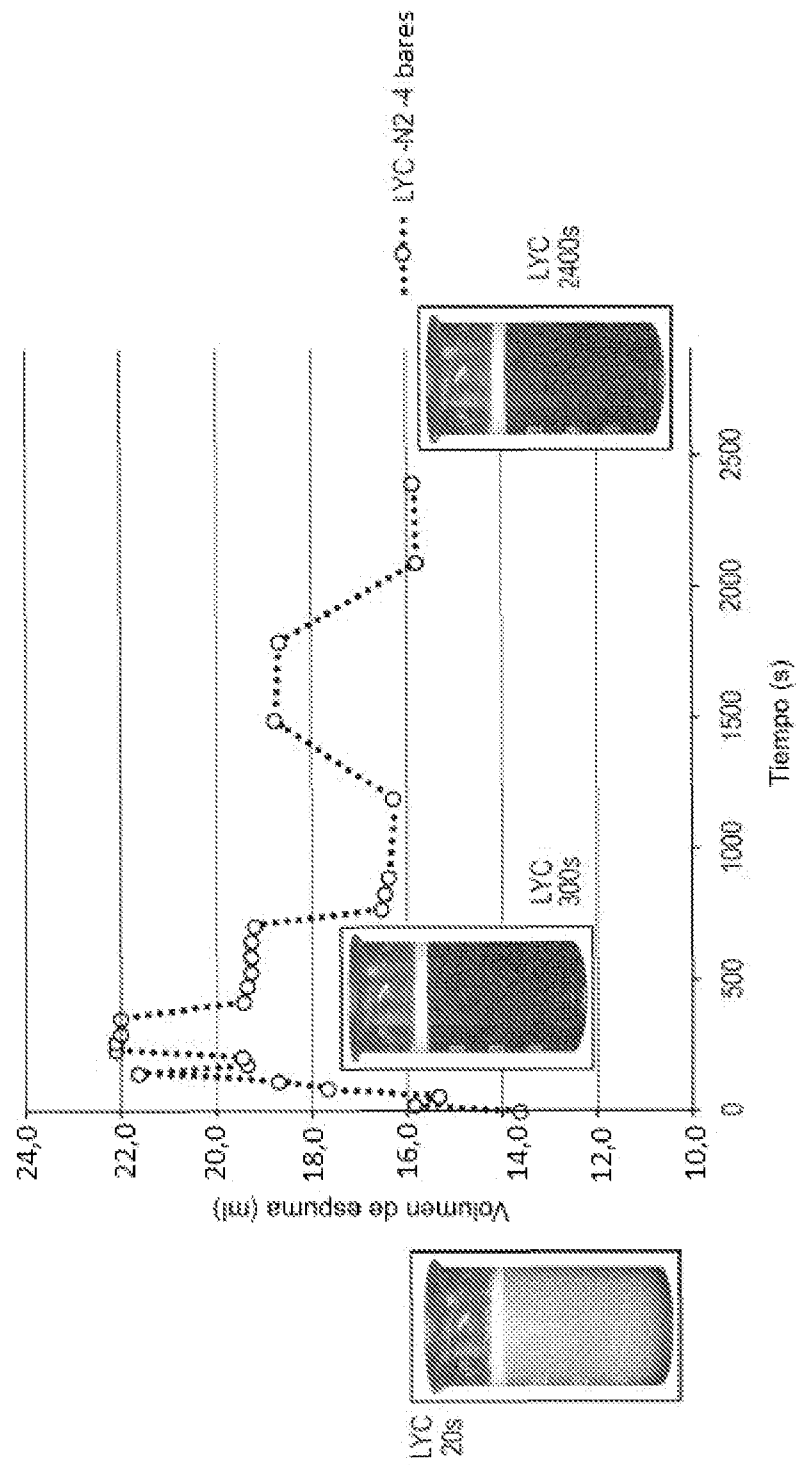


FIG. 3