

117/502



Memória descritiva referente à patente de invenção de SOCIÉTÉ DES PRODUITS NESTLÉ S.A., suíça, industrial e comercial com sede em Vevey, Suíça, para "PROCESSO PARA PRODUÇÃO DE CÁPSULAS DE AROMATIZAÇÃO ESPUMIFICADAS E CÁPSULAS PRODUZIDAS POR ESTE PROCESSO"

Memória descritiva

1. Campo da Invenção

A presente invenção está inserida no campo de cápsulas de aromatização alimentares e mais especificamente no das cápsulas de aromatização espumificadas. Em particular, a presente invenção está relacionada com a preparação de cápsulas, apresentando ao utilizador do produto uma retenção de aroma melhorada e possuindo meios aperfeiçoados de distribuição dos constituintes aromáticos retidos nas cápsulas.

2. Descrição da Técnica Anterior

O carácter de deter o sabor e/ou os constituintes aromáticos dos materiais alimentares por um período de tempo considerável sem a sua perda ou deterioração, é de já muito reconhecido.

Por exemplo, na preparação de café instantâneo, têm sido feitas tentativas para incorporar as proprieda-



des do aroma de café recém torrado pulverizando a superfície de extracto de café seco como uma emulsão, com óleo de café. É necessário ter cuidado na vedação da embalagem do café seco aromatizado, para impedir o escape do aroma. Depois da embalagem aberta, esta não deve permanecer assim durante muito tempo a fim de evitar a perda do aroma.

A encapsulação dos constituintes aromáticos também tem sido investigada. Uma técnica de encapsulação está descrita na Patente Americana Nº 3 989 852 publicada por Palmer.

Palmer prepara as cápsulas formando primeiro uma substância de núcleo pastosa e viscosa. Esta substância de núcleo contém os constituintes aromáticos a serem encapsulados e tem uma consistência pegajosa semelhante a um bombom molecom com uma pequena percentagem de líquido contido nele. Este núcleo é então adicionado a uma substância agitada em forma de película que adere à substância do núcleo para formar as cápsulas.

Estas e outras técnicas similares podem estar sujeitas a certas desvantagens. A quantidade de aroma encapsulado nesta técnica, é bastante baixa e assim necessita in desejavelmente de uma adição relativamente alta de tais cápsulas ao produto hospedeiro a ser aromatizado. Para além disso, estas cápsulas não retêm os constituintes aromáticos por um período considerável de tempo, quando colocadas no produto hospedeiro. Esta perda de aroma pode ser atribuída à estrutura final da cápsula que é geralmente constituída em todas as cápsulas por uma fase sólida contínua sem existir qualquer parede ou casca claramente definida para ajudar a reter o aroma dentro das cápsulas.

Mais importante, contudo, é quando a água é adicionada ao produto hospedeiro contendo tais cápsulas de modo a reconstituir o mesmo, como por exemplo café instantâneo, chá instantâneo, sopa instantânea, etc., os constituintes aro-



máticos contidos nestas cápsulas, geralmente não são libertados imediatamente do produto reconstituído, de modo que o consumidor não se apercebe de uma explosão de aroma quando estas cápsulas se rompem e dissolvem. Além disso, devido à grande proporção de água empregada em comparação com a quantidade dos constituintes aromáticos contidos nas cápsulas e porque estas geralmente tendem a ir ao fundo, a maior porção de aroma é simplesmente dissolvida na água sem deixar desperdícios na chávena. A concentração dos constituintes aromáticos é de tal ordem que praticamente nenhum destes constituintes estão presentes na fase de vapor na superfície da chávena numa concentração que é suficiente para produzir um aroma que o consumidor possa imediatamente captar.

Resumo da Invenção

O autor descobriu uma nova cápsula de aromatização que evita substancialmente todas as desvantagens associadas com a técnica anterior enunciadas acima.

As cápsulas de aromatização podem ser armazenadas num material hospedeiro durante um período considerável de tempo e podem ser armazenadas sòzinhas praticamente indefinidamente sem qualquer perda substancial ou deterioração dos constituintes aromáticos contidos nelas.

Para além do mais, as cápsulas da presente invenção contêm uma grande quantidade de aroma encapsulado de tal modo que com uma menor quantidade destas cápsulas é o suficiente para obter um particular efeito de aromatização. Ainda além disso as cápsulas enquanto se dissolvem em contacto com um líquido apropriado, libertam o aroma encapsulado directamente ao consumidor por um período de tempo enquanto flutuam sobre a superfície, sem que o aroma esteja "perdido" no seio do líquido.

O autor descobriu que espumificando uma mistura de núcleo caracterizada por conter uma essência aquosa e

um sólido comestível pulverulento solúvel em água e então adicionando esta mistura espumificada sob a forma de gotículas ao material de parede dos sólidos comestíveis solúveis em água que serão agitados, formando-se as cápsulas que depois de curadas apresentam todas as propriedades desejáveis supra mencionadas.

Mais particularmente, a presente invenção ca-
racterizada por produzir cápsulas de aromatização com um longo período de duração, viu melhorado o poder de aroma exalado o que permite a encapsulação de grandes quantidades de aroma com preendendo as fases de misturar uma essência aquosa contendo constituintes aromáticos com um sólido comestível pulverulento solúvel em água para formar uma mistura de núcleo, que é então convertida numa espuma por injeção de um gás. Preferencialmente, a mistura é arrefecida a uma temperatura perto do seu ponto de solidificação antes de ser espumificada. A mistura espumificada é então adicionada sob a forma de gotículas a um material de parede de sólidos comestíveis pulverulentos solúveis em água enquanto que o referido material de parede é agitado para provocar um fluxo de água da gotícula de espuma para o material de parede envolvente para formar partículas revestidas. Cada partícula revestida consiste numa camada contínua de material de parede envolvendo uma gotícula de espuma. As partículas revestidas são então curadas prosseguindo a agitação do material de parede até a camada envolvente do material de parede em torno das partículas revestidas formar uma casca endurecida contínua envolvendo um núcleo de estrutura em ninho de abelha contendo os constituintes aromáticos. Numa variante de realização preferível, a mistura de núcleo contém adicionalmente um óleo comestível.

Por conveniência, o termo "gotícula" vai ser usado em toda esta descrição para referir as porções subdivididas da espuma, quer apresentem um diâmetro tão pequeno como de 300 a 400 μ m quer tão grande como de 1,0 a 1,5 mm, sem tomar em conta como está subdividida a espuma.

Enquanto os princípios da presente invenção



podem ser empregados para a encapsulação de constituintes aromáticos de essencialmente qualquer material alimentar empregando vários materiais de parede, esta invenção é particularmente dirigida à preparação de cápsulas de café ou de chá nas quais todos os materiais utilizados no fabrico destas cápsulas são exclusivamente derivados dos mesmos, de modo a evitar a incorporação de material alheio no produto hospedeiro de café ou de chá.

O material de núcleo espumificado proporciona, pelo menos três vantagens. Em primeiro lugar, espumificando o material de núcleo, as cápsulas produzidas apresentam uma densidade de baixo valor de modo a flutuarem à superfície do líquido utilizado para a reconstituição e deste modo mais eficientemente libertar o aroma desprendido directamente ao consumidor. Segundo, a espumificação do material de núcleo também produz uma estrutura em ninho de abelha, contínua, dentro do núcleo da cápsula terminada. Esta estrutura em ninho de abelha permite uma melhor retenção de aroma devido à criação de inúmeras cavidades fechadas contendo os constituintes aromáticos no interior da parede hialina, endurecida, contínua da cápsula. Terceiro, com a espumificação decresce consideravelmente o tempo de cura.

As cápsulas preparadas pelo processo da presente invenção, podem apresentar um diâmetro variando desde cerca de 150 μm a 3 mm e a espessura da parede variando desde cerca de 25 a 250 μm .

Descrição Permenorizada da Invenção

O processo da presente invenção é levado a cabo, primeiro, pela formação de uma mistura de núcleo.

A mistura de núcleo é geralmente preparada pela mistura de uma essência aquosa contendo os constituintes aromáticos com um sólido comestível pulverulento solúvel em água. Se desejável, pode eventualmente ser adicionado à mistu-

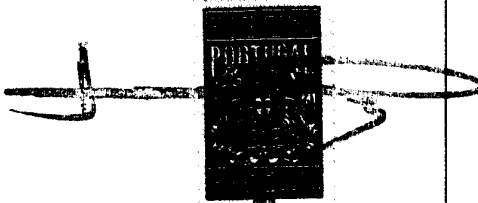


ra de núcleo um óleo comestível. As vantagens de emprego de um óleo à parte quaisquer constituintes aromáticos adicionais contidos, são as suas capacidades de melhor reter o aroma, diminuir a possibilidade das reacções de oxidação, e contribuir na distribuição dos constituintes aromáticos até ao utilizador, quando a estrutura da cápsula for destruída.

Os constituintes aromáticos presentes na essência aquosa, depois da formação da cápsula, geralmente são encontrados quer dentro das paredes da estrutura interior em ninho de abelha, quer na própria casca da cápsula. Quando é empregado um óleo, uma grande proporção destes constituintes aromáticos também estarão presentes no óleo que será dispersado por toda a estrutura em ninho de abelha como uma camada sobre as paredes internas desta. Atendendo a que o óleo no seu desprendimento da cápsula durante a reconstituição do produto hospedeiro, naturalmente flutuará, conduzindo deste modo os constituintes aromáticos com ele até à superfície, proporcionará assim uma distribuição rápida do aroma ao utilizador.

A essência aquosa da presente invenção pode compreender extratos e/ou derivados aromáticos de fruta, carne, alimentos do mar, especiarias, vegetais, etc. Em particular, podem ser empregados destilados de café, chá, chocolate, etc. Desse modo, também, o sabor e/ou as causas aromáticas quer naturais quer artificiais podem ser aplicáveis no processo da presente invenção como sejam o sabor a galinha, camarão, peixe, presunto, lagosta, alho, cebola, cenoura, toucinho, bife, etc.

O sólido comestível solúvel em água que é misturado com a essência aquosa para formar a mistura de núcleo pode ser também do mesmo material que foi usado para formar a casca substancialmente impenetrável, contínua, endurecida ou a parede das cápsulas acabadas. Tais materiais incluem sólidos de café instantâneo, sólidos de chá instantâneo, chicória instantânea em pó, materiais baseados em proteínas como gelatina, pectina, etc., e materiais baseados em não proteínas como goma



de guar, goma arábica, etc. não estão contudo, a eles limitados.

O material sólido comestível pulverulento deve ser portanto solúvel em água. Esta característica é importante não só para facilitar o fácil desprendimento do aroma em capsulado, mas também para a formação da própria cápsula. Além do mais, os materiais sólidos comestíveis pulverulentos deverão também possuir a propriedade de depois de molhados e secos, formar uma estrutura tipo hialina de modo a apresentarem paredes substancialmente impenetráveis. Estes sólidos comestíveis pulverulentos podem ser utilizados sôzinhos ou em misturas dependendo do uso particular que se queira dar às cápsulas.

O óleo comestível que pode eventualmente ser empregado no processo da presente invenção pode ser obtido a partir de uma gama bastante variada. Como exemplos e não limitados a eles temos os óleos de café, açafião, amendoim, cereais, caroço de algodão, e óleos derivados de outras origens vegetais. Contudo, também podem ser utilizados óleos derivados de animais, tais como de aves, carne de vaca, carne de porco, peixe, etc. Também podem ser empregados óleos parcial ou completamente hidrogenados. Os óleos podem ser utilizados separados ou combinados. Se desejável, o óleo comestível também pode ser aromatizado. O emprego de um óleo em particular com um ponto de fusão específico geralmente será escolhido consoante o uso final específico previsto para as cápsulas.

A quantidade de sólidos comestíveis pulverulentos solúveis em água empregados no fabrico-realização da mistura de núcleo é um critério importante para o fabrico de cápsulas da presente invenção. O limite inferior geralmente é ditado em função da necessidade de possuir sólidos suficientes para proporcionar a treliça ou estrutura em ninho de abelha da cápsula acabada. Este limite inferior tem-se encontrado a cerca de 20% em peso, baseado no peso da mistura de núcleo. O limite superior é fixado por considerações práticas tais como o teor da altura dos sólidos, o grau de dificuldade em misturar,



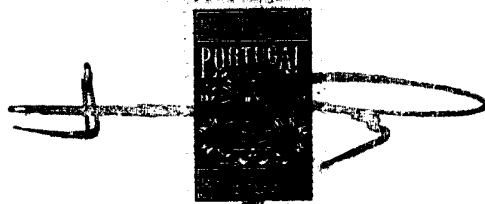
manejar e pulverizar a mistura resultante. Assim, cerca de 60% em peso da mistura de núcleo é julgado ser um limite superior prático. A variação de sólidos preferida é cerca de 25% a 45% em peso.

A essência aquosa, como destilado de café aquoso, pode estar presente na mistura de núcleo numa percentagem desde cerca de 15 % a 80 % em peso e de preferência desde cerca de 40 % a 70 % em peso. A quantidade empregada geralmente dependerá do poder da essência e da quantidade desejada de aromatização a ser introduzida. Se o nível da essência aquosa presente for demasiado baixo não haverá humidade suficiente para dissolver o material de parede ao qual a mistura de núcleo será subsequentemente adicionada, endurecendo de modo a formar as paredes da cápsula. Para níveis altos de essência aquosa, não haverá suficientes materiais sólidos para a formação da estrutura interior em ninho de abelha.

O óleo comestível pode estar presente numa quantidade de 0 % a 25 % em peso, preferencialmente numa percentagem de cerca de 10 % a 20 % em peso. O limite superior é geralmente ditado pela quantidade de óleo que pode estar presente no produto hospedeiro. Em alguns produtos, uma quantidade excessiva de óleo pode criar uma aparência desagradável na reconstituição. Noutros produtos, como por exemplo nas sopas instantâneas, onde a presença de óleo não é inconveniente, pode ser empregada uma quantidade elevada de óleo.

Os constituintes da mistura de núcleo estão todos uniformemente misturados por processos convencionais especializados utilizados na técnica. Geralmente a mistura será conseguida por homogenização.

Depois da mistura de núcleo ser formada, é então espumificada. A espumificação é conseguida pela injeção de um gás não tóxico no seio da mistura de núcleo. O gás pode ser introduzido directamente na mistura de núcleo através de uma tubagem. Como alternativa, a mistura de núcleo pode estar



contida num vaso no qual é introduzido o gás espumificado. Também podem ser utilizados outros métodos especializados conhecidos na técnica, para a espumificação da mistura de núcleo. Gases como o azoto, dióxido de carbono, óxido nitroso, etc., podem ser aplicados isolados ou combinados. Se desejável, gases aromáticos, como sejam os gases libertados pela trituração do café torrado ou gases decantados durante a extracção de café também podem ser empregados como meios de espumificação da mistura de núcleo. O uso destes gases aromáticos realça as qualidades organolépticas das cápsulas resultantes. Os gases inertes são particularmente desejáveis pois reduzem a possibilidade de reacções de oxidação.

A fim de obter os objectivos desejados de as cápsulas flutuarem e simultaneamente prover uma estrutura interna em ninho de abelha, chegou-se à conclusão que a mistura de núcleo deve ser espumificada até um recobrimento de cerca de 17 % a 100 %, de preferência desde cerca de 25 % a 35 % de modo que a espuma resultante tenha uma densidade variando desde cerca de .80 a .90 gm/cc.

De preferência, a espumificação é levada a cabo na mistura de núcleo depois ou enquanto a temperatura ambiente está a ser arrefecida até uma temperatura perto do ponto de solidificação, que geralmente está compreendido entre cerca de -5° a -2°C dependendo da natureza e quantidades dos constituintes particulares. Assim o gás espumante pode ser introduzido na mistura de núcleo assim que passe por um permutador de calor adequado para o arrefecer à temperatura desejada. Como alternativa a mistura pode ser primeiro arrefecida e depois sujeita à fase de espumificação. O arrefecimento da mistura antes ou durante a introdução do gás facilita a operação de espumificação.

A espuma arrefecida é então passada através de um misturador, como por exemplo um agitador de pás de elevado esforço tangencial, de modo a ficar uniformemente homoge-



neizada. Se desejável, a espuma pode ser recirculada de novo até ao ponto em que o gás foi introduzido na mistura de núcleo e então passada outra vez pelo permutador de calor e homogeneizador até a quantidade desejada de espumificação e/ou arrefecimento terem sido obtidos.

A mistura espumificada é então adicionada ao material de parede dos sólidos comestíveis pulverulentos solúveis em água, na forma de gotículas enquanto a parede do material está a ser agitada.

A mistura de núcleo espumificada pode ser subdividida em gotículas por qualquer processo conhecido na técnica como seja pulverizando a mistura através de um bico sob pressão para o material de parede pulverulento agitado. Outras técnicas similares podem também ser empregues. As gotículas, de preferência deverão possuir tamanhos compreendidos desde cerca de 600 μ m a 1,0 mm.

Na técnica de pulverização, que é a variante de realização preferida para adicionar a mistura de núcleo espumificada ao material de parede, emprega-se uma pressão de pulverização de cerca de 1,05 a 1,40 Kg/cm² quando através de um bico de pulverização a pressão, a temperatura da espuma pulverizada rondará aproximadamente 4° a 10°C. Se bem que estes limites sejam preferidos, eles não são críticos.

A mistura espumificada pode ser pulverizada a qualquer temperatura até cerca de 15° sem detrimento da estrutura das cápsulas ou retenção do aroma. Existe, contudo, uma ligeira vantagem na retenção do aroma, quando a temperatura de pulverização é baixa. Geralmente, o orifício do bico usado na pulverização da mistura de espuma terá uma abertura variando desde cerca de 0,2 a 0,5 mm.

Como foi dito anteriormente, o material de parede dos sólidos comestíveis solúveis em água pode ser o mesmo material que foi empregado na formação da mistura de núcleo.



Assim, podem ser usados sólidos de café finos instantâneo, sólidos de chá instantâneo, etc. Geralmente, o material de parede deverá ter um tamanho de partículas variando desde cerca de 40 a 100 μm . De preferência, o material de parede é agitado num tambor rotativo, mas também pode ser usado outro processo especializado conhecido na técnica.

Um parâmetro importante do material de parede é o seu teor de humidade inicial e o teor de humidade ao qual começa a aglutinação. No fabrico de cápsulas da presente invenção deve-se evitar a aglutinação. Assim, a quantidade de mistura de núcleo espumificada adicionada ao material de parede deve ser tal que o aumento no teor de humidade do material de parede não atinja o teor de humidade ao qual ocorre a aglutinação.

Para o pó de café fino, a aglutinação inicia-se, sob condições estáticas, a um nível de humidade de cerca de 6% a 7% em peso. Sob condições dinâmicas, a aglutinação tem lugar a cerca de 9% de humidade. Uma vez que o pó de café fino instantâneo geralmente terá um teor de humidade de cerca de 1,5 a 3% em peso, a fim de garantir que a aglutinação não se processe, a quantidade de mistura espumificada adicionada ao material de parede deverá ser tal que o aumento no teor de humidade do material de parede geralmente não seja mais do que cerca de 3% a 5% em peso.

Centudo, se a mistura de núcleo espumificada é adicionada ao material de parede numa quantidade que corresponde a um aumento de humidade do material de parede muito inferior que 3% a 5% em peso, a formação da cápsula é um pouco alterada, não sendo a sua forma sempre esférica. Tal irregularidade no feitio das cápsulas é indesejável, visto que a parede no ponto de mudança de curvatura torna-se muito mais frágil e ténue do que as cápsulas de forma regularmente esféricas. Por conseguinte, os melhores resultados para a produção de cápsulas de café, por exemplo, são obtidos quando a quantidade de mistura de núcleo espumificada pulverizada resulta com um teor



de humidade final do sistema (material de parede/formação de núcleo) variando desde cerca de 6 a 7% em peso.

Contudo, genêricamente falando, a proporção de quantidade de mistura de núcleo espumificada adicionada ao material de parede pulverulento varia desde cerca de 1:9 a 1:15. A temperatura do material de parede não foi considerada como um parâmetro importante, variando de -40° a 50°C . Deste modo, e por considerações práticas, pode-se considerar a temperatura nas condições ambientes.

Depois da mistura de núcleo espumificada ter sido adicionada ao material de parede agitado, a água da porção aquosa de cada gotícula de espuma espalha-se exteriormente da gotícula ao material de parede envolvente provocando um fluxo de água. O material de parede molhado então adere à superfície da gotícula de espuma formando uma partícula revestida, que apresenta uma camada contínua do material de parede envolvendo o núcleo da gotícula de espuma. As cápsulas são então curadas mantendo-as em contacto com o material de parede até a coesão estrutural das cápsulas ser assegurada. Geralmente, o processo de curar as cápsulas é conseguido por agitação contínua do material de parede por pelo menos 5 a 15 minutos. Podem-se empregar períodos de tempo maiores. A cura diz-se terminada quando é possível remover as cápsulas do material de parede sem aglutinação.

Depois da cura, as cápsulas são então formadas, apresentando uma casca endurecida contínua envolvendo um núcleo de estrutura em ninho de abelha contendo os constituintes aromáticos. As cápsulas podem ser facilmente separadas do material de parede por um processo como por exemplo o peneiramento. Contudo, o nível de humidade destas cápsulas pode rondar os valores altos, geralmente na ordem de cerca de 8 a 10 % em peso. Deste modo, para favorecer a redução do nível de humidade, as cápsulas podem ser posteriormente mantidas dentro do material de parede por um período de tempo suficiente, por exemplo, 24 a 48 horas. Como alternativa, as cápsulas isoladas



ou combinadas com o material de parede podem ser secas num leito fluidificado ou em qualquer outro aparelho convencional de secagem. Quando se emprega um leito fluidificado, um aumento do fluxo de gás do meio fluidificante é suficiente para arrastar o material de parede pulverulento de modo a separar as cápsulas ainda no secador em vez de subsequentemente peneirar as cápsulas do pó.

Dependendo da composição particular das cápsulas produzidas, elas terão uma densidade de volume final de cerca de 0,2 a 0,6 gm/cc. Para cápsulas fabricadas inteiramente de constituintes derivados de café, a densidade em volume variará desde cerca de 0,23 a 0,45 gm/cc.

Sabe-se que a presença de algum óleo no material de parede antes da pulverização da mistura de núcleo espumificada resulta em as cápsulas apresentarem uma parede envolvente mais espessa, que ajuda a retenção do aroma. Geralmente, estas cápsulas têm uma espessura de parede variando desde cerca de 200 a 250 μ m. Num processo contínuo em que o material de parede é reciclado, porque nem todo o óleo contido na formulação do núcleo é encapsulado, o teor de óleo do material de parede aumenta com o tempo até um estado estável ser alcançado, ao fim do qual o teor de óleo é geralmente cerca de 5% em peso. Por consequência, numa variante de realização da presente invenção, a mistura de núcleo espumificada é pulverizada para um material de parede reciclado (ou como alternativa, para um material de parede que tenha óleo adicionado numa percentagem de 5% em peso) de modo que se proporcionem cápsulas de paredes mais espessas. Estas cápsulas de preferência apresentam um diâmetro desde cerca de 0,8 a 1,0 mm. Tem sido provado que estas cápsulas mais pequenas tendo as paredes mais espessas, retêm mais constituintes aromáticos e dissolvem-se mais rapidamente que as cápsulas maiores.

A análise de cromatografia em fase gasosa mostra que pelo menos 90%, e usualmente 95% dos constituintes aromáticos contidos na mistura de núcleo são encontrados nas



cápsulas terminadas. Assim, também foi concluído que os constituintes aromáticos misturados dentro das cápsulas da presente invenção, geralmente não estão sujeitos à deterioração com o tempo.

Em relação à quantidade de aroma retida com o tempo, foi demonstrado que quando as cápsulas são armazenadas completamente sòzinhas, praticamente nenhum aroma é conservado. Contudo, quando as cápsulas são misturadas com o produto hospedeiro, como sejam cápsulas de café misturadas com café instantâneo, existe um gradiente de concentração entre as cápsulas e o produto hospedeiro e, com o tempo, algum aroma difundir-se-á para o exterior das cápsulas,

Para uma estimativa da retenção do aroma, foram preparadas cápsulas contendo nove compostos geralmente encontrados no aroma de café que foram seleccionados para cobrir uma vasta área de funções químicas e pontos de ebulição. Excepto para o Etilmercaptano que não se dissolve em solução, foi preparada uma solução equimolar de vários compostos. Os compostos empregados em particular, os seus respectivos pontos de ebulição e a sua composição molar estão mencionados na tabela I, em baixo.

TABELA I

<u>COMPONENTES</u> <u>QUÍMICOS</u>	<u>PONTO DE</u> <u>EBULIÇÃO (°C)</u>	<u>COMPOSIÇÃO</u> <u>MOLAR</u>
ETILMERCAPTANO	35	.0141
ACETATO DE ETILO	77	.1408
METIL ETILO CETONA	80	.1408
TIOFENO	84	.1408
PIRIDINA	115	.1408
OCTANO	126	.1408
1 - HEXANOL	157	.1408
FURFUROL	162	.1408



A 570,8 gramas de solução química (566,23 g água+4,56 compostos químicos) foram adicionados 335,1 gramas de sólidos de café e 94,1 gramas de óleo de café para proporcionar uma mistura de núcleo totalizando 1 000 gramas. Depois da mistura ter sido espumificada e pulverizada para um leito de sólidos de café instantâneo, agitado, de acordo com a presente invenção, 1245,38 gramas de cápsulas foram recuperadas com a seguinte composição:

- 335,10 gramas de sólidos de café pulverizados
- 90,94 gramas de água e aroma
- 69,24 gramas de óleo
- 746,14 gramas de sólidos "recolhidos" como resultado do processo

Por conseguinte, segundo um balanço mássico, as cápsulas continham uma média de 3,67 miligramas de substâncias químicas por grama de cápsulas. Uma análise de cromatografia em fase gasosa mostrou um nível de 3,313 miligramas de substâncias químicas por grama de cápsulas indicando uma retenção de aroma de 90,37 %.

As cápsulas foram armazenadas em pó de café por um período de 59 semanas. Foram analisadas por meio de análise de "headspace" (atmosfera confinante) por cromatografia em fase gasosa para determinar a quantidade de substâncias aromáticas contidas em função do tempo. Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela II, a seguir:

TABELA II

RETENÇÃO DE AROMA TOTAL
ANÁLISE DE "HEADSPACE" POR
CROMATOLOGRAFIA EM FASE GASOSA

ug/g cápsulas - CORRECÇÃO EM RELAÇÃO À ÁGUA

<u>TEMPO DECORRIDO</u>	<u>% H₂O</u>	<u>TOTAIS</u>	<u>H₂O LIBERTO</u>	<u>% RETIDA</u>
1 dia	7,55	3364	3639	
2 dias	7,62	3305	3578	98



TABELA II (cont.)

<u>TEMPO DECORRIDO</u>	<u>% H₂O</u>	<u>TOTAIS</u>	<u>H₂O LIBERTO</u>	<u>% RETIDA</u>
3 dias	6,95	3349	3599	99
1 semana	5,76	3353	3558	98
2 semanas	5,08	3007	3168	87
3 semanas	5,16	2414	2546	70
4 semanas	4,76	2275	2389	66
6 semanas	5,06	2076	2191	60
8 semanas	4,58	2086	2189	60
12 semanas	4,85	2084	2190	60
26 semanas	4,40	1182	1231	34
39 semanas	3,85	1601	1665	46
59 semanas	4,10	1747	1822	50

Como é indicado na Tabela existe um equilíbrio de humidade muito rápido entre as cápsulas e o pó hospedeiro. Decorrido um dia, a diferença é só 1% ou menos. De realçar que os compostos vão desaparecendo gradualmente com o tempo. Passadas 6 semanas a retenção é de cerca de 60 % e desde aí, decresce muito lentamente para um valor de 50 % passadas 59 semanas.

Um segundo teste de armazenamento foi realizado com cápsulas de café. Neste teste, o efeito da temperatura foi também estudado.

As cápsulas de café foram preparadas de acordo com a presente invenção tendo a seguinte composição de núcleo que foi pulverizada em sólidos de café finos instantâneos:

- 58 % de sólidos de café instantâneo
- 33 % de destilado de café aquoso
- 9 % de óleo de café

As cápsulas de café foram misturadas com um pó hospedeiro consistindo de café instantâneo e porções deste foram armazenadas num congelador a uma temperatura de -15°C , à



temperatura ambiente e à temperatura de 38°C. A quantidade de aroma retida dentro das cápsulas foi determinada por análise de cromatografia em fase gasosa utilizando as técnicas de "head space" ou Tenax. Estas técnicas cromatográficas tão bem conhecidas pelos especialistas da técnica, estão descritas por exemplo em CHROMATOGRAPHIA, 6, 67 (1973) por A. Zlatkis, M.A. Lichtenstein e A. Tishbee, os seus conteúdos estão incluídos na referência. Os resultados de ambas as análises para a retenção de aroma de cápsulas de café estão mencionados na Tabela III, a seguir.

TABELA III

% DE RETENÇÃO DE AROMA TOTAL

A. ANÁLISE DE HEADSPACE CG

<u>TEMPO DECORRIDO</u>	<u>CONGELADOR (-15°C)</u>	<u>AMBIENTE</u>	<u>38°C</u>
Início	100 %	100 %	100 %
2 semanas	120	105	78
1 mês	110	118	60
2 meses	105	85	59
3 meses	103	63	46
4 meses	108	68	48
5 meses	101	70	34
6 meses	115	68	36

B. PROCESSO TENAX

<u>TEMPO DECORRIDO</u>	<u>CONGELADOR (-15°C)</u>	<u>AMBIENTE</u>	<u>38°C</u>
Início	100 %	100 %	100 %
2 semanas	102	90	82
1 mês	123	100	74
2 meses	91	77	48
3 meses	88	63	58
4 meses	85	62	33
5 meses	91	49	29
6 meses	118	56	31



Das análises, viu-se que a retenção de aroma é afectada pela temperatura de armazenamento. Quando conservado num congelador, essencialmente todo o aroma fica retido, com o tempo. À temperatura ambiente, os valores encontrados para as cápsulas de café foram da mesma ordem de grandeza do que com os compostos da Tabela II, isto é, a estabilização à volta de 60 % ocorre por volta dos três meses e seguintes, só um ligeiro decréscimo de aroma se atenua com o tempo. À temperatura de 38°C, a perda de aroma é mais pronunciada. Aos seis meses a retenção de aroma é só cerca de 30 % do aroma original. Contudo, verifica-se que o armazenamento aos 38°C é equivalente a pelo menos 2 ou 3 vezes o período de armazenamento da temperatura ambiente.

Geralmente, a quantidade de cápsulas adicionadas a um produto alimentar pode variar desde uma pequena quantidade como 0,1 % a uma grande como 10 % em peso. A quantidade de cápsulas adicionadas a um produto em particular geralmente dependerá do nível desejado de sabor e/ou aroma e sabor que vão ser transmitidos e/ou a força aromática das cápsulas em particular.

No café, por exemplo, superior a 5 % do produto final pode ser constituído por cápsulas de café feitas de 100 % de materiais de café, sem ser detectado. Contudo, tipicamente o nível da cápsula de café variará desde 0,5 % a 2,0 % em peso.

Na preparação de outros alimentos instantâneos, como por exemplo, sopa instantânea, as cápsulas contendo o sabor e/ou constituintes aromáticos de vegetais e similares podem ser adicionados ao alimento instantâneo por mistura seca. Geralmente, a quantidade de cápsulas de aromatização adicionadas a um tal produto alimentar instantâneo estará na ordem de cerca de 0,2 % a 10,0 % em peso.

• Uma cápsula intacta produzida pela presente
• invenção não terá aroma por si só. Só quando a estrutura da



cápsula é destruída, quer por contacto com um líquido quer por esmagamento é que uma grande explosão de aroma é emanada e efetivamente, comunicada até ao utilizador do produto, pela capacidade das cápsulas flutuarem no topo do produto reconstituído. Dependendo em particular do material de parede empregado, da espessura da parede, tamanho de cápsula e temperatura do líquido, a dissolução das cápsulas pode ter lugar em qualquer lado num espaço de tempo compreendido entre 2 segundos e 2 minutos.

Tendo descrito os conceitos básicos desta invenção, os exemplos seguintes propõem-se ilustrá-la. Contudo, não pretendem de algum modo limitar a invenção. Nestes exemplos, as razões e percentagens são dadas em peso.

EXEMPLO I

A formulação de núcleo é preparada tendo a seguinte composição:

Destilado de café aquoso	3,28 Kg	52 %
Sólidos de café instantâneo	2,12 Kg	33 %
Óleo de café	0,95 Kg	15 %
TOTAL	6,35 Kg	100 %

Os constituintes do núcleo são combinados, homogeneizados e armazenados num tanque de alimentação.

Uma bomba faz accionar a mistura para um permutador de calor cuja superfície está a uma temperatura de cerca de -15°C . A temperatura da mistura ao deixar o permutador de calor é de cerca de $-5,5^{\circ}\text{C}$ o que corresponde ao ponto de solidificação da mistura. A pressão à frente do permutador de calor é mantida a cerca de $2,8 \text{ kg/cm}^2$.

A espumificação da mistura é adquirida pela injeção de azoto na linha de alimentação do permutador de calor a uma razão de 0,006 metros cúbicos por hora a $3,5 \text{ kg/cm}^2$,



uma razão que é suficiente para produzir uma espuma com uma densidade de 0,82 gm/cc; correspondendo a um recobrimento de 33 %.

Um homogeneizador, em linha, é empregado imediatamente após o permutador de calor assegurar uma mistura espumificada homogênea consistente. A temperatura da mistura espumificada depois de passar pelo homogeneizador é de 1,6°C.

A mistura espumificada arrefecida, tendo uma temperatura de 1,7°C é então pulverizada através de um bico pulverizador com um orifício de 0,48 mm a uma pressão de 1,4 Kg/cm² e a uma razão de 30 gramas/minuto. Um total de 1186 gramas de mistura espumificada são pulverizadas para um tambor rotativo contendo pó de café instantâneo seco por congelação (teor de humidade: 1,9 %; tamanho de partícula: 40 a 100 µm), pesada antes e depois da pulverização. Um total de 14,5 Kg de pó de café seco por congelação é empregado como material de parede.

A proporção de mistura pulverizada da quantidade de material de parede empregada é de 1186 gramas/14515 gramas ou 0,0817. Considerando o aumento teórico no teor da humidade do material de parede, o equilíbrio assumido entre as cápsulas e o pó, o valor é calculado como $(1186 \text{ gramas} \times 52 \% \text{ água contida na mistura}) / (1186 + 14515) = 0,0397$ ou 3,97 % de aumento de humidade.

Depois de toda a mistura de núcleo ter sido pulverizada para o material de parede, continua-se a agitação por um período adicional de 10 minutos para curar as cápsulas resultantes. Quer as cápsulas quer o pó de café são então medidos em sacos de plástico e deixados durante 3 dias à temperatura ambiente. 100 % das cápsulas de café são recolhidas do pó por processos de peneiração.

As cápsulas de café produzidas apresentam um tamanho médio de partículas desde 0,8 a 1,8 mm e uma densidade



em volume de cerca de 0,4 gm/cc.

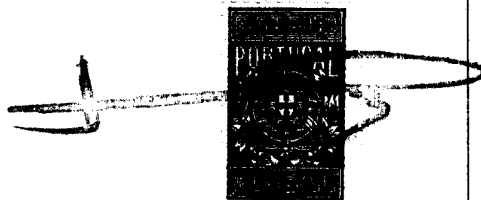
As cápsulas são incorporadas de café instantâneo numa quantidade de 1,4 % em peso. Quando da adição de água quente, as cápsulas flutuam no topo da infusão de café e soltam um aroma e sabor a café.

EXEMPLO 2

O processo e materiais são os mesmos do exemplo 1 com uma única excepção, que é a formulação do núcleo ser espumificada até um recobrimento de 54 % e, em vez da pulverização da mistura de núcleo espumificada para o material de parede, as cápsulas são preparadas adicionando gotículas de espuma para o pó de café. 9,22 gramas da mistura espumificada arrefecida é deitada a 7,2°C para 227 gramas de pó de café instantâneo mantido num frasco à temperatura ambiente usando uma pipeta tendo uma abertura de cerca de 0,7 mm. Depois da adição de cada gotícula, o recipiente é energicamente agitado para simular a acção do tambor rotativo. Depois de uma cura de 48 horas permitindo às cápsulas o contacto com o pó de café dentro do recipiente, 8,43 gramas de cápsulas são peneiradas do pó. As cápsulas produzidas neste exemplo assemelham-se e comportam-se de uma maneira similar às cápsulas preparadas no Exemplo 1, com as excepções de que o tamanho da cápsula varia desde cerca de 2,0 a 5,0 mm e a sua densidade em volume é de cerca de 0,37 gm/cc.

EXEMPLO 3

O processo do Exemplo 1 é repetido com a excepção de, em vez de secar as cápsulas por armazenamento no pó, em sacos de plástico, durante uns dias, toda a mistura do pó e cápsulas são introduzidas num secador de leite fluidificado mecanicamente vibrado. A temperatura do ar do leite fluidificado é mantida aproximadamente a 50°C, com uma razão de fluxo de ar de 0,5 metros/segundo. Depois de 10 minutos no leite fluidifi-



cado, as cápsulas removidas, aumentando a razão do fluxo de ar para aproximadamente 1,67 metros/segundo, de tal modo que o excesso de pó é despejado, deixando a cura totalmente realizada e as cápsulas secas.

EXEMPLO 4

O Exemplo 1 é repetido com a única excepção de que os gases aromáticos, particularmente os gases de trituração são empregados em vez do azoto para espumificar a mistura de núcleo. As cápsulas produzidas neste Exemplo assemelham-se e comportam-se à semelhança daquelas preparadas no Exemplo 1, soltando, todavia, uma explosão de aroma mais forte quando da rotura, e apresentando também um aumento significativo na infusão de café.

EXEMPLO 5

A formulação do núcleo é preparada sem qualquer contenção de óleo e tem a seguinte composição:

Destilado de café aquoso	69 %
Sólidos de café instantâneo	31 %

Depois da mistura de núcleo ser espumificada até um recobrimento de 18 % de um modo similar à do Exemplo 1, 180 gramas de mistura espumificada são pulverizadas a 9°C utilizando um bico pulverizador com um orifício de 0,48 mm, a uma pressão absoluta de 3,0 Kg/cm², para 2267 gramas de pó de café instantâneo girando num tambor rotativo a 14 RPM. Depois de 2 minutos de rotação, as cápsulas são mantidas em contacto com o pó de café instantâneo por um período adicional de 24 horas. 324 gramas de cápsulas com um teor de humidade de 9,4 % são recuperadas. As cápsulas são capazes de flutuar no topo de uma infusão aquosa à medida que se dissolvem emanando, por isso, o aroma directamente ao utilizador.

A armazenagem das cápsulas a 38°C durante uma semana resulta na recuperação de 82 % de aroma.



EXEMPLO 6

As cápsulas de chá são preparadas utilizando a seguinte composição de núcleo:

Destilado de chá aquoso	66,6 %
Sólidos de chá solúveis	33,83 %

28 gramas da composição de núcleo são arrefecidas a uma temperatura de -6°C e espumificadas até um recobrimento de 46 %. A mistura de espuma é então pulverizada com um bico pulverizador com um orifício de 0,3 mm a -4°C e a uma pressão absoluta de 2,9 Kg/cm², para 907 gramas de pó fino de chá solúvel agitado com um teor de humidade de cerca de 3 %. 75,4 gramas de cápsulas com um teor de humidade de 7,72 % são recuperadas por peneiração, 48 horas depois de terem sido pulverizadas.

Um exame destas cápsulas revela uma estrutura em ninho de abelha cobertas por uma parede vidrada. Quando da dissolução das cápsulas em infusão de chá, um agradável e forte aroma é desprendido quando as cápsulas flutuam na superfície, acompanhado de um sabor também melhorado.

EXEMPLO 7

Cápsulas essencialmente de óleo de laranja são preparadas empregando a seguinte formulação de núcleo:

Água	61,4 %
Óleo de casca de laranja	12,3 %
MALTRIN 040	26,3 %
(sólidos de xarope de cereais modificados)	

Esta mistura de núcleo é arrefecida a 10°C e sujeita a uma pressão absoluta de 6,1 Kg/cm² com dióxido de carbono. 645 gramas da mistura são então pulverizadas com um bico pulverizador com um orifício de 0,22 mm, para 6804 gramas de material de parede constituído por 75 % de MALTRIN M-100 e



25 % de FRODEX 24 (sólidos de xarope de cereais modificados) que são girados num tambor a 15 RPM a uma temperatura ambiente. A cura e secagem são levadas a cabo a uma temperatura de 60° C durante 30 minutos num leite fluidificado. Uma determinação analítica revela que 90 % de óleo essencial é encapsulado.

EXEMPLO 8

As cápsulas são preparadas empregando chicória instantânea como material de parede e o destilado de café aquoso como fonte de aroma. A formulação de núcleo é composta de:

Destilado de café aquoso	52 %
Pó de chicória instantâneo	33 %
Óleo de café	15 %

170 gramas de material de núcleo espumificado (recobrimento de 25 %) é pulverizado a 5°C usando um bico pulverizador com um orifício de 0,3 mm a uma pressão absoluta de 3,0 Kg/cm² para 2267 gramas de pó fino de chicória que são girados num tambor a 17 RPM. Depois da cura durante 7 minutos em rotação adicional, as cápsulas são então secas ficando no pó de chicória durante 48 horas.

415 gramas de cápsulas são recuperadas apresentando um tamanho de partícula variando de 0,84 a 1,68 mm. Estas cápsulas dissolvem-se no tempo de um minuto em água quente quando flutuam, emanando um agradável aroma a café. Um exame destas cápsulas revela uma parede muito espessa e vidrada e uma estrutura de núcleo em ninho de abelha.

EXEMPLO 9

(EXEMPLO DE COMPARAÇÃO)

A. NÚCLEO NÃO ESPUMIFICADO (NÃO ESTÁ DE ACORDO COM A PRESENTE INVENÇÃO)



Uma formulação de núcleo foi preparada de:

Destilado de café aquoso	57 %
Pó de café instantâneo	33 %
Óleo de café	10 %

Neste exemplo comparativo, que não está de acordo com a presente invenção, a mistura de núcleo não está espumificada. 290 gramas desta mistura de núcleo são pulverizadas a uma pressão absoluta de 3,0 Kg/cm² a 10°C através de um bico pulverizador com um orifício de 0,48 mm, para 2267 gramas de pó de café fino solúvel girado num tambor a 34 RPM. Depois de 2 minutos de rotação, as cápsulas são mantidas em contacto com o pó de café por um período adicional de 24 horas.

São recolhidas 273 gramas de cápsulas tendo um teor de humidade de 86 %, 3,9 % de óleo total e um tamanho de partículas variando de 0,52 mm a 3,07 mm.

Estas cápsulas apresentam uma manifesta estrutura sólida, uniforme, sem um centro de núcleo em ninho de abelha. Como resultado, estas cápsulas quando adicionadas a uma chávena contendo água quente, nem flutuam nem desprendem qualquer quantidade apreciável de aroma.

Depois de armazenadas a 38°C durante uma semana, o aroma recuperado foi de 55 %.

B. NÚCLEO ESPUMIFICADO (DE ACORDO COM A PRESENTE INVENÇÃO)

Em comparação, o mesmo material de núcleo usado na parte A deste Exemplo é espumificado de acordo com a presente invenção até um recobrimento de 27 %.

266 gramas desta mistura de núcleo espumificada são pulverizadas a uma pressão absoluta de 3,0 Kg/cm², a 10°C através de um bico pulverizador com um orifício de 0,48mm para 2267 gramas de pó de café solúvel que estão a ser giradas



a 34 RPM num tambor, como na parte A deste Exemplo. Mais uma vez, as cápsulas são giradas por um período adicional de 2 minutos e então mantidas em contacto com o pó de café durante 24 horas.

São recuperadas por peneiração 246 gramas de cápsulas com um tamanho de partículas desde 1,02 mm a 2,54 mm, um teor de humidade de 8,3 % e 8,06 de óleo total.

Um exame destas cápsulas revela uma estrutura em ninho de abelha revestida por uma parede sólida, hialina e contínua. Estas cápsulas são capazes de flutuar no topo de água quente e emanarem uma explosão inicial de aroma de café, continuando a emanar o aroma directamente ao consumidor à medida que se vão dissolvendo.

Depois de uma semana de armazenamento a 38°C, a recuperação aromática cifra-se em 81 %, uma diferença de 26% comparada com as cápsulas não espumificadas da parte A deste Exemplo.

REIVINDICAÇÕES

- 1ª -

Processo para a produção de cápsulas de aromatização espumificadas caracterizado por compreender as fases de:

- (a) misturar uma essência aquosa contendo constituintes aromáticos com um sólido comestível pulverulento solúvel em água



- para formar uma mistura de núcleo;
- (b) espumificar a mistura de núcleo pela injeção de gás na referida mistura para proporcionar uma espuma;
 - (c) adicionar uma mistura espumificada sob a forma de gotículas a um material de parede de sólidos comestíveis pulverulentos solúveis em água enquanto que o referido material de parede é agitado para provocar um fluxo de água das gotículas de espuma para o material de parede envolvente e formar partículas revestidas, tendo cada uma de tais partículas revestidas uma camada contínua do referido material de parede envolvendo uma gotícula de espuma;
 - (d) curar as partículas revestidas prosseguindo a agitação do material de parede até a camada envolvente do material de parede em torno das partículas revestidas formar uma casca endurecida contínua envolvendo um núcleo de estrutura em ninho de abelha contendo os constituintes aromáticos; e
 - (e) recolher as cápsulas resultantes.

- 2ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por a mistura de núcleo conter desde cerca de 20 % até cerca de 60 % em peso do sólido comestível pulverulento, desde cerca de 15% até 80% em peso da essência aquosa e desde cerca de 0 até 25% em peso de óleo comestível.

- 3ª -

Processo de acordo com as reivindicações 1 ou 2, caracterizado por a mistura de núcleo ser espumificada até um recobrimento de cerca de 17% até 100%.

- 27 -



- 4ª -

Processo de acordo com qualquer das reivindicações anteriores, caracterizado por o material de parede ter um tamanho de partículas na gama de desde 40 até 100 μm .

- 5ª -

Processo de acordo com qualquer das reivindicações anteriores, caracterizado por o conteúdo de humidade do material de parede ser cerca de 1,5% até 3,0% em peso.

- 6ª -

Processo de acordo com qualquer das reivindicações anteriores, caracterizado por a mistura de núcleo espumificada ser adicionada ao material de parede numa proporção de desde 1:9 até 1:15 em peso de espuma para material de parede.

- 7ª -

Processo de acordo com qualquer das reivindicações anteriores, caracterizado por a essência aquosa ser destilado de café ou destilado de chá e o sólido comestível pulverulento ser respectivamente café instantâneo ou chá instantâneo.

- 8ª -

Cápsulas de aromatização caracterizadas por

- 28 -

compreenderem uma casca contínua endurecida de um material alimentar comestível solúvel em água envolvendo um núcleo tendo uma estrutura de espuma endurecida em ninho de abelha contendo constituintes aromáticos.

- 9^ª -

Cápsulas de acordo com a reivindicação 8, caracterizadas por terem um tamanho de partículas desde 150 μ m até 3 mm.

- 10^ª -

Cápsulas de acordo com as reivindicações 8 ou 9, caracterizadas por terem uma densidade em volume de desde 0,2 até 0,6 gm/ml de tal forma que flutuem na água.

A requerente declara que o primeiro pedido desta patente foi depositado nos Estados Unidos da América em 10 de Agosto de 1983, sob o número de série 06/521909.

Lisboa, 8 de Agosto de 1984



- 29 -



RESUMO DA INVENÇÃO

"PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE CÁPSULAS DE AROMATIZAÇÃO ESPUMIFICADAS E CÁPSULAS PRODUZIDAS POR ESTE PROCESSO"

A invenção refere-se a um processo para a produção de cápsulas de aromatização espumificadas compreendendo as fases de:

(a) misturar uma essência aquosa contendo constituintes aromáticos com um sólido comestível pulverulento solúvel em água para formar uma mistura de núcleo;

(b) espumificar a mistura de núcleo pela injeção de gás na referida mistura para proporcionar uma espuma;

(c) adicionar uma mistura espumificada sob a forma de gotículas a um material de parede de sólidos comestíveis pulverulentos solúveis em água enquanto que o referido material de parede é agitado para provocar um fluxo de água das gotículas de espuma para o material de parede envolvente e formar partículas revestidas, tendo cada uma de tais partículas revestidas uma camada contínua do referido material de parede envolvendo uma gotícula de espuma;

(d) curar as partículas revestidas prosseguindo a agitação do material de parede até a camada envolvente do material de parede em torno das partículas revestidas formar uma casca endurecida contínua envolvendo um núcleo de estrutura em ninho de abelha contendo os constituintes aromáticos; e

(e) recolher as cápsulas resultantes.

A invenção refere-se ainda às cápsulas produzidas pelo processo referido.