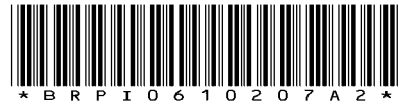


República Federativa do Brasil  
Ministério do Desenvolvimento, Indústria  
e do Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI0610207-7 A2**



(22) Data de Depósito: 28/04/2006  
(43) Data da Publicação: 01/06/2010  
(RPI 2056)

(51) *Int.Cl.:*  
A23F 5/18  
A23L 2/84

(54) Título: **PRODUTO DE CAFÉ SOLÚVEL**

(30) Prioridade Unionista: 24/05/2005 EP 05 104424.6

(73) Titular(es): NESTEC S.A

(72) Inventor(es): Karin Kraehenbuehl, Konrad Lerch, Rachid Bel-Rhlid, Robert Aeschbach

(74) Procurador(es): Dannemann ,Siemsen, Bigler & Ipanema Moreira

(86) Pedido Internacional: PCT EP2006003977 de 28/04/2006

(87) Publicação Internacional: WO WO 2006/125505de  
30/11/2006

(57) **Resumo:** Produto de café, derivado a partir de grãos de café torrados e moídos, que tem níveis reduzidos de lactonas de ácido clorogênico, com relação aos níveis de ácidos clorogênicos. O produto pode ser preparado por tratamento de um extrato de café com uma enzima, de modo a hidrolisar pelo menos uma porção das lactonas de ácido clorogênico presentes no extrato. Alternativamente ou adicionalmente, ele pode ser fornecido por colocação em contato de um extrato de café com um sorvente ou solvente, que seja adequado para remover componentes apoiaves e que esteja, pelo menos parcialmente, saturado com ácido clorogênico. O produto tem amargor reduzido.



**PI0610207-7**

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**PRODUTO DE CAFÉ SOLÚVEL**".

Campo da Invenção

5 A presente invenção refere-se a um produto de café, a um processo de preparação de um produto de café e ao uso de enzimas, sorventes e/ou extração com solvente para tratar um extrato de café, de modo a fornecer um tal produto.

Antecedentes da Invenção

10 Uma bebida de café é, em geral, produzida em três etapas envolvendo a torrefação dos grãos verdes, moagem dos grãos torrados e, então, extração dos componentes de café a partir dos grãos moídos. Dentro da etapa de moagem, o tratamento térmico gera uma grande variedade de moléculas de aroma e de sabor, que estão ausentes a partir do grão verde original. As transformações químicas envolvidas no processo de torrefação são  
15 inúmeras e, até agora, não completamente elucidadas. Reações e transformações químicas que sabe-se que ocorrem durante o processo de torrefação incluem, por exemplo, desidratação, reações de Maillard, caramelização, pirólise, hidrólise e fragmentação.

20 O amargor no café é um resultado conhecido do processo de torrefação. Ele é influenciado não somente pelo nível de torrefação (sabe-se que cafés mais escuros são mais amargos), mas, também, pela variedade de café e pela composição química (precursores de flavor) do grão verde.

25 É bem estabelecido que o estado de amargor no café não seja do agrado de uma proporção significativa de consumidores. Portanto, várias tentativas têm sido feitas para reduzir o amargor ou outros atributos indesejáveis, que possam estar presentes no café.

30 A patente europeia de número A1-861596 (Kraft General Products) descreve a remoção de precursores de ácido, tais como lactonas e ésteres, em um extrato de café, por tratamento com álcali, para converter os precursores em sais, seguido por neutralização com um ácido selecionado a partir de ácido fosfórico, ácido fumárico, ácido málico, ácido tartárico e ácido adípico.

A patente japonesa de número A-9094080 (Fujika KK) descreve a hidrólise de grãos de café com álcali e a neutralização da solução obtida com um ácido, portanto, a fim de reduzir o sabor ácido e para remover o amargor.

5 A patente européia de número A-474005 (Jacobs Suchard AG) se refere a um processo para o aperfeiçoamento do flavor de extratos de café por separação de componentes indesejáveis a partir do extrato usando-se uma peneira molecular alcalina tendo um tamanho de poro de desde 0,3 a 1,0 nm.

10 A patente japonesa de número 2001-321116 (Kikkoman Corp.) descreve o uso de tanase ou esterase de ácido clorogênico para remover o amargor e a adstringência de grãos de café.

Constatou-se, agora, que certos compostos fenólicos no café contribuem para um amargor aumentado do produto. Em particular, constata-  
15 tou-se que lactonas de ácido clorogênico (às quais se refere, doravante, como "CAL's") são particularmente problemáticas nesse respeito.

Lactonas de ácido clorogênico são formadas a partir de ácidos clorogênicos. Ambos os tipos de compostos existem em café torrado, embora os ácidos clorogênicos sejam encontrados a contribuir muito menos,  
20 se não contribuem absolutamente, para o sabor amargo do que as lactonas de ácido clorogênico.

Além disso, ácidos clorogênicos têm se mostrado como tendo atividade antioxidante *in vitro* (por exemplo, seqüestro de radicais livres, resistência à oxidação LDL, proteção contra danos ao ADN) e efeito antimuta-  
25 gênico *in vivo* no intestino grosso, fígado e língua em ratos e hâmssters. Adicionalmente, os ácidos clorogênicos são capazes de reduzir a secreção de ácido sistêmica no estômago, protegendo a mucosa gástrica contra irritações possivelmente responsáveis por azia.

Portanto, permanece altamente desejável fornecer um produto  
30 de café que tenha amargor reduzido e que, ao mesmo tempo, retenha quantidades significativas de compostos benéficos à saúde.

Além disso, é desejável tratar um produto de café torrado, de

modo a reduzir os níveis de lactonas de ácido clorogênico e ainda manter ou pelo menos reduzir em uma extensão muito menor a quantidade de ácidos clorogênicos presentes.

Lactonas de ácido clorogênico são discutidas na publicação "Analysis of Bitter Fractions of Roasted Coffee by LC-ESI-MS/New Chlorogenic Acid Derivatives", M. Ginz, U.H. Engelhardt, Institute of Food Chemistry, Technical University of Braunschweig, Schleinitzstrasse 20, DE-38118, Alemanha. Esse documento se refere ao isolamento de lactonas de ácido clorogênico a partir de café e investiga a contribuição de tais lactonas para o amargor perceptível da bebida de café torrado. Entretanto, ele não dá qualquer indicação em relação a como se preparar um produto de café torrado tendo níveis reduzidos de lactonas de ácido clorogênico, mas, substancialmente manteve níveis de ácido clorogênicos.

Em adição, nenhum dos documentos que se referiu acima parece diferenciar entre ácidos clorogênicos e lactonas de ácido clorogênico e, assim, não aborda o problema de como esgotar o último componente sem reduzir simultaneamente de maneira significativa o teor em ácidos clorogênicos.

Em vista do exposto, a presente invenção busca fornecer um ou mais dos benefícios acima mencionados e/ou abordar um ou mais dos problemas acima mencionados.

#### Sumário da Invenção

Portanto, de acordo com um primeiro aspecto da presente invenção, é fornecido um produto de café derivado a partir grãos de café torrados e moídos, nos quais a razão em peso de 5CQA para 3CQAL (ver abaixo), no produto, está dentro da faixa de desde 12:1 a 1.000.000:1.

De acordo com outro aspecto da presente invenção, é fornecido um produto de café solúvel derivado a partir de grãos de café torrados e moídos, nos quais a razão em peso de CQA total (conforme aqui definida) está dentro da faixa de desde 22:1 a 1.000.000:1.

Ainda em outro aspecto, a invenção fornece um processo de preparação de uma composição de café líquida, tendo um teor reduzido em

lactonas de ácido clorogênico, compreendendo a etapa de tratamento de um extrato de café com uma enzima, de modo a hidrolisar uma porção das lactonas de ácido clorogênico presentes no extrato.

5 Ainda em outro aspecto, a invenção fornece o uso de uma enzima no tratamento de um produto de café, tal como um extrato de café, para reduzir o amargor de uma bebida de café, sendo que a enzima remove seletivamente CAL's de preferência aos ácidos clorogênicos.

10 O nível de CAL's também pode ser reduzido por colocação em contato de um extrato de café com um sorvente ou um solvente, sob certas condições.

Portanto, a invenção também se refere a um processo de tratamento de um extrato de composição de café, a fim de reduzir o nível de CAL's, compreendendo as etapas de:

- 15 (i) torrefação e moagem de grãos de café para fornecer um produto moído;  
(ii) extração do produto moído com água e/ou vapor para obter um extrato; e  
(iii) colocação em contato do extrato com um sorvente sólido,  
sendo que o sorvente é adequado para remover componentes apolares e está, pelo menos parcialmente, saturado com ácido clorogênico e, opcionalmente, cafeína.

20 Nesse aspecto adicional, a invenção também fornece o uso de um sorvente sólido conforme definido anteriormente acima, para remover CAL's a partir de um extrato de café, para fornecer uma composição de café tendo amargor reduzido.

25 A invenção se refere adicionalmente a um processo de tratamento de um produto de café, a fim de reduzir o nível de CAL's, compreendendo as etapas de:

- 30 (i) torrefação e moagem de grãos de café para fornecer um produto moído;  
(ii) extração do produto moído com água e/ou vapor para obter um extrato; e  
(iii) colocação em contato do extrato com um solvente orgânico,  
sendo que o solvente é adequado para remover componentes apolares e está, pelo menos parcialmente, saturado com ácido clorogênico e, opcionalmente, cafeína.

Nesse aspecto, a invenção também fornece o uso de um solvente orgânico, conforme definido acima, para remover CAL's a partir de um extrato de café, para fornecer uma composição de café tendo amargor reduzido.

No contexto da presente invenção, o termo "compreendendo" não é exaustivo e não limita as etapas, ingredientes ou componentes àqueles especificados depois do termo "compreendendo", mas, é definido como significando "incluindo, mas, não limitado a".

#### Descrição Detalhada da Invenção

A presente invenção é dirigida a produtos tendo uma quantidade reduzida de CAL's e uma quantidade mantida, ou, pelo menos, reduzida de maneira não significativa, de ácidos clorogênicos. CAL's denota uma classe de compostos, que têm as estruturas gerais A e B, retratadas na Figura 1. Os grupos OR<sub>3</sub>, OR<sub>4</sub> e OR<sub>5</sub> podem ser um de dois epímeros possíveis. Os grupos R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub> e R<sub>5</sub> são selecionados, de maneira independente, a partir de cafeoíla, feruloíla, cumaroíla, dimetóxi-cinamoíla, sinapoíla ou H ou suas misturas. Quando os grupos R<sub>3</sub> a R<sub>5</sub> compreenderem uma ou mais cadeias de acila, a ligação dupla na cadeia de acila pode estar na configuração "trans" ou na configuração "cis". Os ácidos clorogênicos têm a estrutura geral C, conforme mostrado na Figura 1.

Exemplos de algumas lactonas de ácido clorogênico e ácido clorogênicos conhecidos são dados na tabela seguinte.

Tabela 1

Nome	Estrutura	R3	R4	R5
Derivados de lactona de ácido quínico				
Lactona de ácido 3-O-cafeoil-D-quínico (3CQAL)	A	cafeoíla	H	-
Lactona de ácido 4-O-cafeoil-D-quínico (4CQAL)	A	H	cafeoíla	-
Lactona de ácido 3-O-feruloil-D-quínico (3FQAL)	A	feruloíla	H	-
Lactona de ácido 4-O-feruloil-D-quínico (4FQAL)	A	H	feruloíla	-

Nome	Estrutura	R3	R4	R5
Derivados de ácido clorogênico				
Ácido 5- <i>O</i> -cafeoil-D-quinico (5CQA)	C	H	H	cafeoíla
Ácido 4- <i>O</i> -cafeoil-D-quinico (4CQA)	C	H	cafeoíla	H
Ácido 3- <i>O</i> -cafeoil-D-quinico (3CQA)	C	cafeoíla	H	H
Total CQA = 3CQA + 4CQA + 5CQA	C			

Deve ser entendido que outras lactonas de ácido clorogênico e ácido clorogênicos podem existir e podem mesmo estar presentes no café e que essas frases englobam todos os compostos recaindo dentro das fórmulas A/B ou C, respectivamente.

5 Constatou-se, agora, que a lactona de ácido 3-*O*-cafeoil-D-quinico (a que se refere aqui como "3CQAL") é particularmente representativa de todas as CAL's, pelo fato de que medições mostrando o efeito de tratamentos em 3CQAL são completamente indicativas dos efeitos de tais tratamentos em CAL's de maneira geral.

10 Portanto, é importante que o nível de 3 CQAL seja reduzido de maneira significativa no produto final.

Ao mesmo tempo, é desejável que a quantidade de ácidos clorogênicos ("CQA's"), que são os precursores de CAL's, é mantida ou pelo menos reduzida para um grau muito menor, pelas razões dadas aqui.

15 O ácido 5-*O*-cafeoil-D-quinico (ao qual se refere aqui como "5CQA") é particularmente representativo de todos os CQA's pelo fato de que as medições mostrando o efeito de tratamentos em 5CQA são completamente indicativas dos efeitos de tais tratamentos em CQA's de maneira geral.

20 Portanto, em um aspecto, é essencial que a razão em peso de 5CQA a 3CQAL seja de 12:1 ou mais, de preferência, de 15:1 ou mais, mais preferivelmente, de 20:1 ou mais, muitíssimo preferivelmente, de 50:1 ou mais, por exemplo, 80:1 ou mais.

É desejável que uma pequena quantidade de lactonas de ácido clorogênico permaneça no produto para dar um flavor equilibrado à bebida. Portanto, a razão em peso de 5CQA para 3CQAL é de 1.000.000:1 ou menos, de preferência, de 750.000:1 ou menos, mais preferivelmente, de 500.000:1 ou menos, mais preferivelmente, de 250.000:1 ou menos, por exemplo de 100.000:1 ou menos.

Em um outros aspecto, produtos de acordo com a invenção têm uma razão em peso aumentada de CQA total (a soma de 3CQA, 4CQA e 5CQA) para 3CQAL. Portanto, a razão em peso de CQA total para 3CQAL é de 22:1 ou mais, de preferência, de 30:1 ou mais, mais preferivelmente, de 50:1 ou mais, mais preferivelmente, de 75:1 ou mais, por exemplo, 100:1 ou mais.

A razão em peso de CQA total para 3CQAL é também de 1.000.000:1 ou menor, de preferência, de 750.000:1 ou menor, mais preferivelmente, de 500.000: 1 ou menor, ainda mais preferivelmente, de 250.000:1 ou menor, muitíssimo preferivelmente, de 100.000:1 ou menor, por exemplo, de 50.000 ou menor.

Também foi constatado que produtos adequados para uso na presente invenção podem ter um nível reduzido de 3CQAL com relação ao nível de cafeína presente. Portanto, produtos de acordo com a invenção podem, alternativamente e/ou adicionalmente, ser definidos pelo nível relativo de cafeína e 3CQAL.

A manutenção do nível de cafeína, ou pelo menos a sua redução para um grau muito menor do que da 3CQAL, pode ser também altamente desejável, já que é bem-conhecido que a cafeína melhora a atividade mental de curto prazo.

Portanto, a razão em peso de cafeína para 3CQAL é, de preferência, de 40:1 ou mais, mais preferivelmente, de 70:1 ou mais, ainda mais preferivelmente, de 100:1 ou mais, muitíssimo preferivelmente, de 130:1 ou mais, por exemplo de 200:1 ou mais.

De maneira surpreendente, foi ulteriormente constatado que o nível de sais, tais como sais de potássio, não estão aumentados de maneira

significativa nos produtos da presente invenção. Sabe-se que sais de potássio contribuem para o amargor e, por conseguinte, níveis elevados de um tal componente são claramente indesejáveis.

Portanto, os produtos de café da presente invenção, de preferência, compreendem 10% em peso ou menos de sais de potássio, com base no peso total de matéria seca no produto, mais preferivelmente, de 8% em peso ou menos, mais preferivelmente, de 6% em peso ou menos.

#### Tratamento com Enzima

O estágio durante o processamento de café, no qual o tratamento com enzima é realizado, não é essencial, tanto quanto ele ocorra antes da formação do produto de café solúvel final. Portanto, o tratamento com enzima pode ocorrer em grãos de café depois da torrefação, depois da moagem e/ou depois da extração. Mais preferivelmente, o tratamento com enzima é realizado no produto extraído.

Por "extraído", entende-se que água e/ou vapor fora usado para extrair a mistura complexa de componentes de café a partir dos grãos de café torrados e moídos.

#### Enzimas

Em um aspecto, os produtos da presente invenção são preparados usando-se uma ou mais enzimas.

Enzimas preferidas são selecionadas a partir de hidrolases, tais como esterases, lipases, tanases e anidrase carbônica ou suas misturas.

Esterases (EC 3.1.1.1) são particularmente preferidas. Uma esterase especialmente preferida é esterase de fígado de porco de engorda imobilizada. Outra esterase adequada é, por exemplo, esterase de fígado porcino.

Tanase (EC 3.1.1.20) adequada para uso na presente invenção inclui tanase a partir de *Aspergillus oryzae*, imobilizada em Eupergit C. Essa tanase imobilizada é descrita na patente européia de número A-0777972, aqui incorporada.

Exemplos de lipases (EC 3.1.1.3) adequadas incluem lipase de *Candida rugosa*, lipase de *Geotrichum Candidum*, lipase e palatase de *As-*

pergillus niger.

Anidrase carbônica (EC 4.2.2.1) é também adequada para uso na presente invenção.

### Metodologia

5 Em geral, uma bebida de café é produzida em três etapas, envolvendo a torrefação dos grãos verdes, a moagem dos grãos torrados e, então, a extração dos componentes de café a partir dos grãos moídos.

Em um primeiro processo preferido, os moídos de café são extraídos com água e/ou vapor, sob gradientes de temperatura e de pressão  
10 específicos, de acordo com processos de fabricação de café solúvel, conhecidos pelo técnico especializado no assunto. O extrato resultante é, então, colocado em contato com a enzima para hidrolisar, preferencialmente, as CAL's e preservar os CQA's, tanto quanto possível.

Em um segundo processo preferido, a bebida de café solúvel é preparada por extração de mosto doméstica típica, como, por exemplo, mosto de filtro. O extrato de café é, então, submetido ao tratamento enzimático  
15 conforme descrito abaixo.

A enzima pode ser colocada em contato com o extrato de café de qualquer maneira, tanto quanto se possibilite tempo de contato suficiente  
20 para que as CAL's sejam adequadamente transformadas. A enzima é, então, removida a partir da mistura ou, alternativamente, pode ser meramente desativada. Por exemplo, uma enzima não imobilizada pode ser adicionada diretamente ao café, em cujo caso, no final da reação, a enzima é simplesmente desativada.

25 Alternativamente, a enzima pode ser fixada em um leito de filtro ou mantida em uma coluna e o extrato passado através deles. Com tratamento usando-se enzimas imobilizadas, o procedimento pode ser em batelada (por exemplo, as enzimas são adicionadas, reagidas, então, removidas por filtração) e/ou contínuo (por exemplo, em uma coluna ou um reator de  
30 leito fixo com solução de café fluindo através dele).

A quantidade de enzima usada dependerá da preparação de enzima individual, da atividade da enzima e de sua especificidade, mas, po-

de ser avaliada prontamente pelo técnico especializado no assunto por meio de experimentação simples.

Para esterase de fígado de porco de engorda, por exemplo, a quantidade deve estar, de preferência, dentro da faixa de desde 0,005 U/mg a 100 U/mg de matéria seca no extrato de café, mais preferivelmente, desde 0,007 a 50 U/mg, mais preferivelmente, desde 0,01 a 10 U/mg, por exemplo, 0,2 a 1 U/mg.

A temperatura na qual a reação enzimática deve ocorrer está, de preferência, dentro da faixa de desde 10 a 80°C, mais preferivelmente, desde 20 a 60°C, mais preferivelmente, desde 30 a 50°C.

O pH da solução durante a reação é, de preferência, de desde 4,0 a 8,0, mais preferivelmente, de desde 4,5 a 7,0, mais preferivelmente, de desde 5,0 a 6,5.

O tempo de reação é, tipicamente, de desde 1 minuto a 72 horas, de preferência, de desde 1 a 24 horas, mais preferivelmente, de desde 1 hora a 4 horas.

A quantidade de extrato seco no café, de preferência, deve se situar dentro da faixa de desde 1 g/L a 500 g/L, mais preferivelmente, de desde 10 g/L a 100 g/L.

## 20 Tratamento com Sorvente

Alternativamente e/ou adicionalmente, o produto de acordo com a invenção pode ser preparado por colocação em contato de um extrato de café aquoso com um sorvente, sob certas condições.

### Sorvente

25 De preferência, o sorvente é selecionado a partir daqueles que sejam adequados para reter componentes apolares.

Sorventes particularmente preferidos para uso no processo da presente invenção incluem carvão ativo, poliestireno divinilbenzeno (disponível como XAD4, XAD16, ex Supelco), PVPP (disponível como Polyclar, ex Sigma) e Eupergit C e C 250L (copolímeros de N,N'-metileno-bis-(metacrilamida), metacrilato de glicidila, alil glicidil éter e metacilamida, ex Rohm GmbH).

O muitíssimo preferido é XAD16, por causa de sua seletividade com relação a compostos apolares e sua adequabilidade com relação ao processamento contínuo.

5 O sorvente é pelo menos parcialmente saturado com ácidos clorogênicos e, opcionalmente, cafeína. Isso auxilia a prevenir a remoção de ácidos clorogênicos e de cafeína a partir do extrato, quando passado através do sorvente.

10 Saturação parcial ou completa pode ser conseguida por pré-saturação do sorvente com os compostos desejados específicos. Alternativamente, duas ou mais bateladas de extrato de café de sacrifício podem ser passadas através do sorvente, de modo a saturá-lo com os compostos desejados. Constatou-se que, quando 2 bateladas de sacrifício forem usadas em uma razão de 1 g de extrato de café para 1 g de sorvente por batelada, a absorção de ácidos clorogênicos e cafeína, a partir de extratos adicionais, é  
15 reduzida de maneira dramática.

A fim de que o sorvente possa ser pelo menos parcialmente saturado com ácidos clorogênicos e, opcionalmente, cafeína, é desejável que o sorvente esteja em forma sólida.

20 É particularmente preferido que o sorvente esteja granulado, embora o sorvente possa estar em forma de gel, presente como uma matriz ou em qualquer outra forma adequada, através da qual o extrato de café possa ser passado.

25 De preferência, o sorvente granulado tem um tamanho de partícula de 10 a 100, mais preferivelmente de 20 a 60 mesh (úmido). É desejável que o diâmetro de poro médio seja desde 50 a 150, mais preferivelmente, de desde 80 a 120 Å. O volume de poro é, de preferência, de desde 1,4 a 2,2, mais preferivelmente, de desde 1,6 a 2,0 mL/g e a área de superfície do sorvente, de preferência, deve ser de desde 500 a 1.300, mais preferivelmente, de desde 650 a 950 m<sup>2</sup>/g.

30 A invenção também fornece o uso de um sorvente sólido no tratamento de um extrato de café, de modo a reduzir o nível de CAL's e, por meio disso, fornece uma composição de café tendo amargor reduzido.

O sorvente sólido é fornecido, tipicamente, em uma coluna ou outro recipiente adequado, através do qual o extrato de café possa ser passado. Embora a natureza do recipiente não seja essencial para a invenção, é importante que o sorvente esteja imobilizado no recipiente. Isso pode ser  
5 conseguido, por exemplo, por fornecimento de uma coluna tendo meios de filtro em cada extremidade, o meio de filtro tendo um tamanho de poro menor do que o diâmetro do sorvente.

Alternativamente, o sorvente pode estar imobilizado em um suporte sólido, que esteja localizado dentro do recipiente e que seja dele removível. Isso é vantajoso uma vez que se permite ao sorvente ser removido,  
10 por exemplo, por reposição, uma vez que ele não mais seja eficaz, e um novo sorvente seja introduzido sem ter que se desmontar o recipiente.

#### Metodologia

15 Em um primeiro processo preferido, um extrato de café é primeiramente preparado por torrefação e moagem de grãos de café, para fornecer um produto moído, seguido por extração de um licor de café a partir do produto moído usando-se água.

Em um modo de batelada, uma parte do extrato é, então, tratada  
20 com uma porção de sorvente sólido, de preferência, em uma razão de 1 g de extrato de café (Tc) para 1 g de sorvente. Depois de agitação, o extrato de café é removido por filtração, e o sorvente recuperado é usado para o tratamento de uma porção adicional de extrato da mesma maneira. Esse procedimento é repetido várias vezes, até que o sorvente seja exaurido. Ele é,  
25 então, substituído por uma porção fresca.

Em um modo contínuo, o extrato é tratado com um sorvente, de preferência, um sorvente sólido, que esteja imobilizado em um recipiente, de preferência, uma coluna, por exemplo, uma coluna de vidro ou de aço inoxidável, passando-se o extrato através do recipiente em uma taxa prontamente  
30 determinada pelo técnico especializado no assunto. Quando o sorvente for exaurido, ele é removido e substituído por uma porção de sorvente fresco.

O extrato de café tratado pode, então, ser usado para produção de produtos de café líquidos e/ou sólidos, de acordo com processos convencionais.

### Extração com Solvente

5 Os produtos de acordo com a invenção também podem ser preparados por extração com solvente usando-se um solvente que esteja pelo menos saturado com ácido clorogênico e, opcionalmente, cafeína.

O solvente é um solvente orgânico imiscível com água e é, de preferência, selecionado a partir daqueles que sejam adequados para extra-  
10 ção de componente apolares. Solventes particularmente preferidos incluem hexano, diclorometano, dietil éter ou acetato de etila.

O solvente preferido é acetato de etila, por causa de sua volatilidade e facilidade de remoção.

De preferência, a extração é extração líquido/líquido (extrato de  
15 café/solvente), embora a extração sólido/líquido (moídos de café ou pó de café solúvel/solvente) seja também possível.

### Metodologia

Um extrato de café aquoso é primeiramente preparado conforme descrito acima. Uma porção do extrato aquoso é, então, tratada com um vo-  
20 lume igual de acetato de etila em um funil de extração. Depois de separação das duas fases líquidas, a fase orgânica parcialmente saturada é reutilizada para uma série de porções adicionais de extrato de café.

### Produtos Finais

O extrato que é tratado usando-se enzimas, sorventes ou extra-  
25 ção com solvente pode ser usado para preparar uma variedade de diferentes produtos finais. Por exemplo, o extrato preparado pode ser congelado-secado ou secado por atomização de uma maneira convencional para formar um produto de café solúvel instantâneo.

Alternativamente, o extrato pode ser usado para um concentrado  
30 de café líquido ou, por exemplo, uma bebida pronta para consumo. Para todas as preparações acima, o produto final de café também pode ser usado em combinação com um ou mais ingredientes, tais como flavorizantes, leite,

cremes, chicória, cereais e açúcar.

### Exemplos

A invenção será agora ilustrada pelos seguintes exemplos não limitantes. Amostras de acordo com a invenção são denotadas por um número e amostras comparativas por uma letra. A menos se afirmado de outra maneira, todos os valores são porcentagens em peso de matéria seca.

#### Exemplo 1: Tratamento Enzimático de Café Solúvel

Grãos de café Robusta foram torrados e moídos. Um extrato aquoso foi, então, preparado por tratamento dos grãos de café moídos em uma temperatura de desde 110 a 130°C, de modo a extrair um rendimento de cerca de 25% em peso do peso total dos grãos de café moídos. O extrato foi secado por atomização.

15 g de extrato de café secado foram dissolvidos em 500 mL de água fervendo. Depois de resfriamento para temperatura ambiente, a solução de café (50 mL) foi distribuída em oito frascos de 100 mL. Várias quantidades de esterase de fígado de porco de engorda imobilizada (0,2 U/mg de café, 0,5 U/mg de café e 1 U/mg de café) foram adicionadas às soluções de café. Os frascos foram imersos em um banho de água aquecido para 40°C e amostras foram retiradas depois de tempos de retenção de 0 h, 2 h e 4 h. As misturas foram filtradas (filtros de 150 mm de diâmetro) para remover a enzima e as soluções de café obtidas foram diluídas para 1,3% t.s. para análise sensorial.

#### Análise de Amostra

Amostras de café foram preparadas em 1% t.s. em MeOH à 70% e filtradas através de filtros de seringa de tamanho de poro de 0,45 µm (Millipore SLHA 025 BS). Ácidos clorogênicos, lactonas e cafeína foram quantificados por HPLC. As análises foram realizadas usando-se um sistema Agilent-1100 integrado, incluindo bomba binária, auto-amostrador, forno de coluna, detector de UV (Agilent, Palo Alto, CA) um espectrômetro de massa tandem Q-Trap (AB/MDS Sciex, Concord, Canadá). Soluções à 1% t.s. (5 µL) foram injetadas em uma coluna CC 250/4 Nucleosil 100-5-C18 (Macherey-Nagel, Oensingen, Suíça). O sistema eluente era água Millipore, TFA à

0,1% e CH<sub>3</sub>CN ou água de Millipore, HCOOH à 0,1% e MeOH à 1 mL/min. Curvas de calibração externas com padrões sintéticos ou comercialmente disponíveis na faixa de 10 - 200 µg/mL foram usados para quantificar os compostos individuais. Os resultados são dados na tabela seguinte.

5 Tabela 2: Amostras tratadas com enzimas

Amostra	Enzima (1)	Tempo (horas)	3CQ AL (2)	Total CQA (2)	5CQA: 3CQAL (3)	CQA : 3CQAL total (3)	cafeína: 3CQAL (3)
A	0	0	100	100	9,4	20	34
B	0	2	98,6	100,6	8,2	17	30
1	0,2	2	47,7	101,2	19	41	70
2	0,5	2	13,5	100,6	59	128	217
3	1	2	2,0	75,6	185	650	1468
C	0	4	95,3	100,2	8,4	18	30
4	0,2	4	23,8	100,3	33	72	123
5	0,5	4	2,7	99,4	286	620	1063
6	1	4	n.d.	76,9	6570	21957	48663

(1) Esterase de fígado de porco de engorda (U/mg café)

(2) % em peso com relação à quantidade total presente no extrato não tratado

(3) razão em peso

## 10 Avaliação Sensorial

A avaliação de cafés foi conduzida com um painel de 6 a 9 painelistas. Cada participante foi apresentado com amostras e pediu-se que elas as classificassem, com relação a seu amargor, em uma escala linear desde 0 a 10, na qual 0 denota nenhum amargor e 10 denota extremamente amargo. O enxágüe entre as amostras foi realizado com água e um pedaço de maçã descascada. Um intervalo de 1 minuto foi incluído entre cada série de amostras para evitar o carregamento. A aquisição de dados foi realizada com programa de computador FIZZ (Biosystemes, Couternon, França). A classificação média de painel com relação à "intensidade de amargor" foi calculada e tratada por Análise de Variância. Esse teste permite o cálculo do

valor F (teste de Fischer) e a determinação de se uma diferença significativa de amargor existe entre as amostras. Os resultados são dados na tabela seguinte.

**Tabela 3: Resultados sensoriais para amostras tratadas enzimaticamente**

Amostra	Café	Esterase de fígado de porco de engorda (U/mg)	Tempo (h)	Intensidade de amargor (classificação de painel média)
A	50 mL, 3%t.s.	0	0	8,0
B	50 mL, 3%t.s.	0	2	n.d.
1	50 mL, 3%t.s.	0,2	2	4,3
2	50 mL, 3%t.s.	0,5	2	n.d.
3	50 mL, 3%t.s.	1	2	3,3
C	50 mL, 3%t.s.	0	4	n.d.
4	50 mL, 3%t.s.	0,2	4	5,5
5	50 mL, 3%t.s.	0,5	4	4,2
6	50 mL, 3%t.s.	1	4	4,0

5 n.d. denota não determinado

Os resultados demonstram que todas as amostras tratadas com enzima conseguiram classificações de amargor significativamente mais baixas do que a amostra de referência (teste F,  $P < 0,05$ ).

#### Exemplo 2: Tratamento com sorventes

10 Extrato de café Robusta foi obtido conforme descrito no Exemplo 1.

#### Processo 1 (amostras 7 a 14)

15 3 g de Polyclar/PVPP (ex Sigma) ou 3 g de carvão ativo (Norit C granular) ou 3 g de XAD4 ou XAD16 (ambos ex Supelco) foram adicionados a 3 g do extrato de Robusta em 200 mL de água de Millipore. A suspensão foi agitada à temperatura ambiente durante 2,5 horas e filtrada sobre papel de filtro (+ Celite no caso de carvão ativo). O sorvente recuperado e parcialmente saturado foi usado para duas bateladas consecutivas adicionais de café fresco da mesma maneira. Os filtrados foram congelados-secados em um aparelho Virtis Benchtop K.

Processo 2 (amostra 15)

O tratamento contínuo em XAD16 (30 g, coluna de 2 cm de diâmetro interno x 20 cm de altura) foi realizado como se segue. O sorvente foi suspenso em água e lavado com água, etanol e novamente água, e, então, 5  
envazado na coluna. O extrato de café, 1,5% t.s. foi eluído de maneira contínua através dela. Frações de 200 mL foram coletadas em uma taxa de escoamento de 20 mL/minuto e congeladas-secadas conforme descrito acima.

Análise de Amostra

As amostras foram analisadas por HPLC, conforme descrito acima. Os resultados são dados abaixo. 10

Tabela 4: Tratamento em fase sólida com sorventes frescos e parcialmente saturados

Amostra	Sorvente (1)	Ciclo (2)	Rendimento total (3)	CQA total (3)	Cafeína (3)	5CQ A: 3CQ AL (4)	CQA: 3CQ AL total (4)	cafeína: 3CQ AL (4)
7	P	1	75	81	83	36	76	142
8	P	3	86	95	91	21	45	78
9	C	1	53	43	16	83	185	121
10	C	3	77	86	74	23	50	78
11	XAD16	1	75	90	59	22	48	58
12	XAD16	3	84	93	90	7,6	16	28
13	XAD4	1	82	88	54	16	35	40
14	XAD4	3	91	98	91	11	24	40
15	XAD16	9	91	119	99	30	62	100
D	Nada	Nada	100	100	100	9	20	34

(1) P denota Polyclar, C denota carvão ativo, XAD4/XAD16 denota poliestireno divinilbenzeno

15 (2) Ciclo "1" denota que o sorvente é fresco, Ciclo "3" denota que o sorvente está parcialmente saturado (2 bateladas de extrato tendo já passado através do sorvente, a medição sendo tomada na terceira batelada).

(3) % em peso com relação à quantidade total presente no extrato não tratado.

(4) razão em peso

#### Avaliação sensorial

- 5 A avaliação de frações de café foi conduzida conforme descrito acima. Os resultados são dados nas tabelas seguintes.

Tabela 5: Resultados sensoriais para tratamentos de acordo com o Processo 1

Amostra	Intensidade de amargor (classificação de painel média)
7	3,3
8	4,7
9	1,8
10	4,0
11	2,0
12	4,1
13	3,0
14	5,1
D	7,0

Tabela 6: Resultados sensoriais para tratamentos de acordo com o Processo 2

Amostra	Intensidade de amargor (classificação de painel média)
15	2,6
D	5,4

- 10 Os resultados demonstram que todas as amostras tratadas com sorvente alcançaram classificações de amargor significativamente mais baixas do que a amostra de referência (teste F,  $P < 0,05$ ).

#### Exemplo 3: Extração com solvente

- 15 Extrato de café Robusta foi obtido conforme descrito no Exemplo 1. 3 g de extrato de Robusta dissolvidos em 200 mL de água de Millipore foram extraídos com 200 mL de acetato de etila. O extrato orgânico foi usado para tratar uma segunda batelada de extrato de café fresco (3 g em 200 mL) e a etapa dois foi repetida um adicional de duas vezes. Os extratos de café resultantes foram esgotados separadamente com etanol (3 vezes cada

um) e, finalmente, congelados-secados.

#### Avaliação sensorial/analítica

A avaliação sensorial/analítica de frações de café foi conduzida conforme descrito acima. Os resultados são dados na tabela seguinte.

5 Tabela 7: Extração líquido/líquido com acetato de etila parcialmente saturado

Amos- tra	Ciclos (1)	Rendimen- to a partir do extrato (2)	Classif. sensori- al (3)	5CQA: 3CQA L (4)	CQA: 3CQAL total (4)	cafeína: 3CQAL (4)
16	1	72	2,9	132	279	308
17	4	97	5,4	34	73	127
D	0	100	7,0	9	20	34

(1) Ciclo "1" denota que o solvente é fresco; Ciclo "4" denota que o solvente está parcialmente saturado (3 bateladas de extrato tendo sido previamente extraídas)

(2) % em peso com relação à quantidade total presente no extrato não extra-  
10 ído

(3) Intensidade de amargor (classificação média de painel)

(4) razão em peso

Os resultados demonstram que todas as amostras tratadas com solvente alcançaram classificações de amargor significativamente mais bai-  
15 xas do que a amostra de referência (teste F,  $P < 0,05$ ).

Embora a invenção tenha sido descrita com referência a concre-  
tizações específicas, essa descrição não pretende ser construída em um  
sentido limitado. Várias modificações das concretizações reveladas, assim  
como concretizações alternativas da invenção tornar-se-ão evidentes aos  
20 técnicos especializados no assunto quando da referência à descrição da in-  
venção. Portanto, contempla-se que as reivindicações anexas cobrirão tais  
modificações que recaem dentro do escopo da invenção.

## REIVINDICAÇÕES

1. Produto de café derivado a partir de grãos de café torrados e moídos, em que a razão em peso de 5CQA para 3CQAL, no produto, está dentro da faixa de desde 12:1 a 1.000.000:1.
- 5           2. Produto de café, de acordo com a reivindicação 1, em que a razão em peso de 5CQA para 3CQAL está dentro da faixa de desde 15:1 a 75.000:1.
3. Produto de café, de acordo com a reivindicação 1, em que a razão em peso de 5CQA para 3CQAL está dentro da faixa de desde 50:1 a  
10 25.000:1.
4. Produto de café derivado de grãos de café torrados e moídos, em que a razão em peso de CQA total para 3CQAL está dentro da faixa de desde 22:1 a 1.000.000:1.
5. Produto de café, de acordo com a reivindicação 4, em que a  
15 razão em peso de CQA total para 3CQAL está dentro da faixa de desde 30:1 a 750.000:1.
6. Produto de café, de acordo com a reivindicação 4, em que a razão em peso de CQA total para 3CQAL está dentro da faixa de desde 50:1 a 500.000:1.
- 20           7. Produto de café, de acordo com a reivindicação 4, em que a razão em peso de CQA total para 3CQAL está dentro da faixa de desde 75:1 a 250.000:1.
8. Produto de café, de acordo com a reivindicação 4, em que a razão em peso de CQA total para 3CQAL está dentro da faixa de desde  
25 100:1 a 100.000:1.
9. Produto de café, de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, em que a quantidade de sal de potássio presente é de 10% em peso ou menos, com base no peso total de matéria seca no produto.
10. Produto de café, de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, obteníveis por tratamento de um extrato de café com uma  
30 enzima.
11. Produto de café, de acordo com a reivindicação 10, em que

a enzima é uma hidrólise.

12. Produto de café, de acordo com a reivindicação 11, em que a hidrolase é uma esterase.

13. Produto de café, de acordo com a reivindicação 12, em que a esterase é esterase de fígado de porco de engorda ou esterase de fígado porcino.

14. Processo de preparação de um produto de café líquido, tendo níveis reduzidos de lactonas de ácido clorogênico, compreendendo as etapas de:

(i) tratamento de um extrato de café com uma enzima, de modo a hidrolisar uma porção das lactonas de ácido clorogênico presentes no extrato.

15. Processo, de acordo com a reivindicação 14, em que a enzima é uma esterase, de preferência, esterase de fígado de porco de engorda ou esterase de fígado porcino.

16. Uso de uma enzima no tratamento de um produto de café, tal como um extrato de café, para reduzir o amargor de uma bebida de café, sendo que a enzima reduz, de maneira seletiva, a quantidade de lactonas de ácido clorogênico presentes, preferivelmente aos ácidos clorogênicos.

17. Processo de tratamento de um produto de café a fim de reduzir o nível de lactonas de ácido clorogênico, compreendendo as etapas de:

(i) torrefação e moagem de grãos de café para fornecer um produto moído;  
(ii) extração do produto moído com água e/ou vapor para obter um extrato; e  
(iii) colocação em contato do extrato com um sorvente sólido,

sendo que o sorvente é adequado para remover componentes apolares e está, pelo menos parcialmente, saturado com ácido clorogênico e, opcionalmente, cafeína.

18. Processo, de acordo com a reivindicação 17, em que o sorvente é selecionado a partir do grupo consistindo em (i) carvão ativo, (ii) PVPP, (iii) poliestireno divinilbenzeno e (iv) copolímeros de N,N'-metileno-bis-(metacrilamida), metacrilato de glicidila, alil glicidil éter e metacrilamida.

19. Uso de um sorvente sólido, de acordo com a reivindicação

17 ou reivindicação 18, para remover lactonas de ácido clorogênico a partir de um extrato de café, para fornecer uma composição de café tendo amargor reduzido.

20. Processo de tratamento de um extrato de café, a fim de reduzir o nível de lactonas de ácido clorogênico, compreendendo as etapas de:

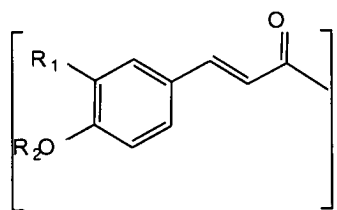
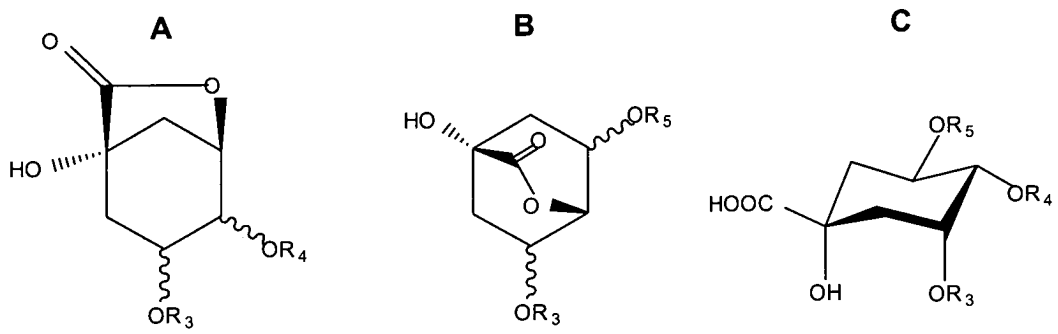
- (i) torrefação e moagem de grãos de café para fornecer um produto moído;
  - (ii) extração do produto moído com água e/ou vapor para obter um extrato; e
  - (iii) colocação em contato do extrato com um solvente orgânico,
- 10 sendo que o solvente é adequado para remover componentes apolares e está, pelo menos parcialmente, saturado com ácido clorogênico e, opcionalmente, cafeína.

21. Processo, de acordo com a reivindicação 20, em que o solvente é selecionado a partir do grupo consistindo em hexano, diclorometano, dietil éter e acetato de etila.

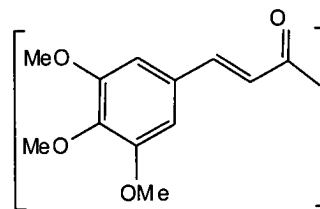
22. Processo, de acordo com a reivindicação 20, em que o solvente é acetato de etila.

23. Uso de um solvente orgânico, de acordo com a reivindicação 20, para remover lactonas de ácido clorogênico a partir de um extrato de café, para fornecer uma composição de café tendo amargor reduzido.

Fig.1



R<sub>1</sub>=H, R<sub>2</sub>=H Cumaróila  
 R<sub>1</sub>=OH, R<sub>2</sub>=H Cafeóila  
 R<sub>1</sub>=OMe, R<sub>2</sub>=H Ferulóila  
 R<sub>1</sub>=OMe, R<sub>2</sub>=Me Dimetóx-cinamóila



Sinapóila

**RESUMO**

Patente de Invenção: "**PRODUTO DE CAFÉ SOLÚVEL**".

5 Produto de café, derivado a partir de grãos de café torrados e moídos, que tem níveis reduzidos de lactonas de ácido clorogênico, com relação aos níveis de ácidos clorogênicos. O produto pode ser preparado por tratamento de um extrato de café com uma enzima, de modo a hidrolisar pelo menos uma porção das lactonas de ácido clorogênico presentes no ex-  
trato. Alternativamente ou adicionalmente, ele pode ser fornecido por colo-  
cação em contato de um extrato de café com um sorvente ou solvente, que  
10 seja adequado para remover componentes apolares e que esteja, pelo me- nos parcialmente, saturado com ácido clorogênico. O produto tem amargor reduzido.