



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

(11) PI 0817677-9 B1

(22) Data do Depósito: 10/09/2008

(45) Data de Concessão: 02/05/2017



(54) Título: PÓ PARA CAFÉ INSTANTÂNEO OU MISTURA CAFÉ/CHICÓRIA COMPREENDENDO PARTÍCULAS DE PÓ POROSAS, SEU USO E SEU MÉTODO DE FABRICAÇÃO

(51) Int.Cl.: A23F 5/36; A23F 5/34

(30) Prioridade Unionista: 28/09/2007 US 60/976,229

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

(72) Inventor(es): ULRICH KESSLER; JEAN-LOUIS DUFFEY; MARC GEORGES DREYER; MICHAEL DESMOND KAUTER; MATHALAI BALAN SUDHARSAN; HÉLÈNE MICHÈLE JEANNE CHANVRIER; OLAF WEHRSPANN; XIAOPING FU

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"PÓ PARA CAFÉ INSTANTÂNEO OU MISTURA CAFÉ/CHICÓRIA COMPREENDENDO PARTÍCULAS DE PÓ POROSAS, SEU USO E SEU MÉTODO DE FABRICAÇÃO"**.

5 Campo da invenção

A presente invenção refere-se a um pó para bebida instantânea, preferivelmente um pó para café instantâneo, que ao ser reconstituído provê espuma melhorada. A presente invenção também refere-se ao uso desse pó, bem como ao método de fabricação desse pó.

10 Antecedentes da invenção

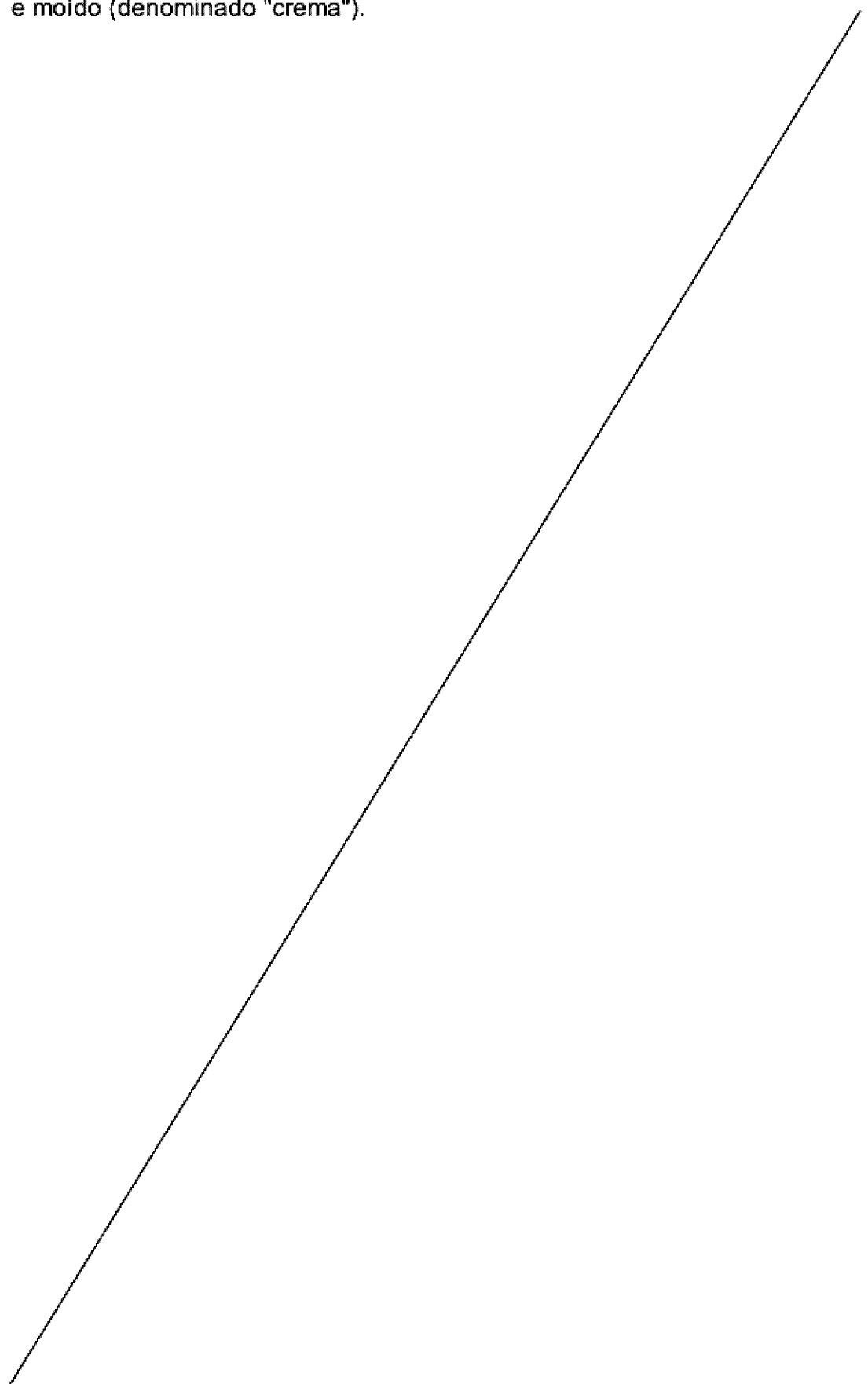
Numerosos métodos têm sido descritos para melhorar a formação de espuma em bebidas instantâneas. Por exemplo, o WO 97/33482 refere-se a um pó para café solúvel que inclui um pó branqueador solúvel contendo gás e um pó de café solúvel. EP 0.154.192 B2 e GB 2.154.422 A descrevem uma maneira de obter uma bebida espumante por adição de água a um material pulverulento tendo uma razão em peso de proteína/lactose de 1/3 a 1/5 e contendo sais estabilizantes.

Formadores de creme espumantes são também descritos na US 4.438.147. É fornecido na EP 1.627.572 um método para aumentar a capacidade de espumação de pós secos por pulverização em que partículas amorfas de uma composição em pó solúvel tendo espaços internos são cheias com um gás. Outra maneira de encher os espaços internos com gás pressurizado para produzir um pó de café solúvel espumante é fornecida na EP 1.627.568. Bebida de café solúvel tendo uma superfície superior espumada é descrita na US 6.964.789.

A maior parte da técnica anterior lida com bebidas tendo um componente formador de creme, que ao ser reconstituído provê a espuma desejada. Entretanto, poucas citações referem-se a bebidas instantâneas que não incluem um componente formador de creme e que ainda assim possuem espuma em sua superfície superior. Essa composição de bebida é descrita na US 5.882.717 e EP 0.839.457, por exemplo. A bebida de café reconstituída é considerada como tendo uma espuma melhorada na xícara

1a

que imita a espuma formada no café expresso feito de café expresso torrado e moído (denominado "crema").



Segue-se folha 2

Há assim, ainda espaço para melhoria no campo das bebidas instantâneas espumosas.

Objetivo da presente invenção

É, portanto, um objetivo da presente invenção melhorar a estabilidade e montante de espuma produzida quando da reconstituição de um pó de bebida instantânea.

Sumário da invenção

Assim, esta necessidade é resolvida pelas características das reivindicações independentes. As reivindicações dependentes desenvolvem adicionalmente a ideia central da invenção.

Então, em um primeiro aspecto, a presente invenção refere-se a um pó para bebida instantânea contendo partículas de pó porosas caracterizadas pelo fato que as partículas de pó possuem uma porosidade de pelo menos 65%, preferivelmente de pelo menos 70%.

O uso de um pó de acordo com quaisquer das reivindicações 1 a 5, para a preparação de uma bebida instantânea também faz parte da presente invenção.

Um terceiro aspecto da invenção refere-se a um método para a fabricação de um pó para bebida instantânea incluindo as etapas de:

- a. Submeter um extrato de bebida instantânea à pressão de 5 a 40 MPa (50 a 400 bar), preferivelmente de 15 MPa a 40 MPa (150 a 400 bar)
- b. Adicionar gás ao extrato pressurizado,
- c. Pulverizar e secar o extrato para formar um pó para bebida instantânea,

e a um produto que pode ser obtido pelo referido método.

Figuras

A presente invenção é adicionalmente descrita abaixo com referência a algumas de suas modalidades mostradas nos desenhos anexos em que:

- a figura 1 ilustra a porosidade de partícula de produtos de acordo com a invenção (PI I e PI II) e a porosidade de partícula de produtos

da técnica anterior (PA I, PA II e PA III),

- a figura 2 é um diagrama que mostra diâmetro médio de espaço (D_{50}) da distribuição de espaços das partículas e a amplitude da mesma distribuição $((D_{90} - D_{10}) / D_{50})$ para produtos da invenção (PI I, PI II) e para

5 produtos da técnica anterior (PA I, PA II, PA III),

- a figura 3 representa o montante de crema em função da porosidade para produtos da invenção (PI I, PI II) e para produtos da técnica anterior (PA I, PA II, e PA III),

10 - a figura 4 é um desenho que representa um método para produção do pó da invenção,

- a figura 5 é um desenho de um dispositivo para medição do montante de crema formado na reconstituição de um pó para bebida. O diâmetro interno do vaso de reconstituição é de 71 mm, a altura interna 77,5 mm, a altura da tampa é de 65 mm, e

15 - a figura 6 representa duas seções transversais de uma camada de partículas típicas de café da invenção em duas ampliações diferentes, obtidas por tomografia por raios X. As barras de escala representam 500 microns (imagem superior) e 250 microns (imagem inferior) respectivamente.

20 Descrição detalhada da invenção

A presente invenção refere-se a composições de bebida instantânea com crema melhorada. Por "crema" entende-se a espuma fina formada na superfície de um líquido. Crema é, por exemplo, observada na extração de café moído e torrado em alta pressão com máquinas de café especiais.

25

Na descrição a seguir, é feita referência a composições de café instantâneo como uma modalidade preferida. A composição de bebida instantânea pode, no entanto também ser cacau, chocolate, chá, sopa, bebidas de frutas etc..

30

Por composição de bebida instantânea entende-se uma composição em pó solúvel, seca que pode ser reconstituída por adição de um líquido, por exemplo, água quente ou fria, leite, suco etc..

O pó para café instantâneo da invenção inclui partículas de pó porosas que são caracterizadas pelo fato de que as partículas de pó possuem uma porosidade de menos de 55%, preferivelmente de pelo menos de 65%, ainda mais preferivelmente de pelo menos 70%. Em uma modalidade preferida, a porosidade de partícula de pó fica entre 65 e 85%, mais preferivelmente entre 65 e 80%, ainda mais preferivelmente entre 70 e 80%, no máximo da preferência entre 70 e 75%.

A porosidade pode ser medida por meios conhecidos na técnica. Por exemplo, a porosidade pode ser medida pela seguinte equação:

$$[(V_p - V_{cm})/V_p] \times 100$$

em que V_p é o volume da partícula e V_{cm} é o volume da matriz de café na partícula. Estes valores podem ser determinados por medições padrão como porosimetria de mercúrio ou também por uma técnica tomográfica de raios X.

O pó da invenção é, assim caracterizado por sua alta porosidade em comparação com compostos conhecidos (vide figura 1). A alta porosidade não só contribui para a boa solubilidade do pó da invenção, mas também permite que um montante aumentado de crema seja formado quando da reconstituição do pó.

Os espaços do presente pó podem ter um diâmetro médio D_{50} inferior a 80 microns, preferivelmente inferior a 60 microns, mais preferivelmente inferior a 40 microns, no máximo da preferência inferior a 25 microns. A distribuição de espaços nas partículas é medida por tomografia por raios X. O tamanho de espaços que caracteriza o presente pó é superior ao descrito na US 5.882.717. Surpreendentemente, no entanto, foi verificado que tamanhos de espaços maiores ainda proporcionam uma crema fina e generosa no produto final reconstituído.

O pó da invenção pode também ser caracterizado pela amplitude da distribuição de espaços na partícula, que é obtida da tomografia por raios X. A amplitude da distribuição é calculada pela seguinte equação:

$$\text{Amplitude} = (D_{90} - D_{10})/D_{50}$$

em que D_{90} , D_{10} e D_{50} representam os diâmetros onde 90%, 10% e 50%,

respectivamente, do volume de partículas é de partículas com um tamanho abaixo deste valor. Assim, um fator de amplitude de distribuição (n) de menos de 4, preferivelmente de menos de 3, mais preferivelmente de menos de 2, no máximo da preferência de menos de 1,5 caracteriza os espaços do pó de acordo com a invenção. Quanto menor o fator de amplitude (n), mais uniforme e fechada é a distribuição de tamanhos. Assim, os produtos da invenção são caracterizados por uma distribuição de tamanho mais fechada do que os produtos da técnica anterior (cf. figura 2).

O tamanho de partícula das partículas de pó pode, por exemplo, ser caracterizado pelo diâmetro mediano de partícula (distribuição volumétrica), X_{50} . X_{50} fica preferivelmente na faixa entre 50 e 500 microns, como, por exemplo, entre 100 e 300 microns, ou entre 150 e 250 microns.

As vantagens conferidas por estas características nos pós da invenção incluem crema e estabilidade da crema aumentados quando da reconstituição do pó em um líquido.

Em um primeiro aspecto, foi verificado que a porosidade aumentada provê uma bebida instantânea com uma solubilidade e quantidade de crema aumentados. A figura 3 mostra que todos os produtos da técnica anterior (PA I, PA II e PA III) que possuem uma porosidade mais baixa do que os produtos da invenção (PI I e II) produzem correspondentemente uma menor quantidade de crema. O montante de crema produzido pode ser medido com um simples dispositivo (figura 5) consistindo em um vaso de reconstituição conectado a um reservatório de água, que é inicialmente bloqueado com uma válvula. Após reconstituição da bebida instantânea no vaso (5 g de pó com 200 ml de água desionizada a 85°C para todos os resultados aqui mencionados), o vaso de reconstituição é fechado com uma tampa especial que termina em um tubo capilar graduado. A válvula entre o vaso de reconstituição e o reservatório de água é, então, aberta, e a água (água comum da torneira em qualquer temperatura) empurra a bebida reconstituída para cima para o interior do capilar, facilitando, assim, a leitura do volume de crema. Os produtos da técnica anterior mostraram produzir cerca de 6 a 9 ml de crema de acordo com este método de medição, enquanto o produto da in-

venção, na reconstituição, produziu mais de 10 ml de crema.

Considera-se, também que uma distribuição estreita de tamanho de espaço confira estabilidade à crema que não é observada em produtos da técnica anterior. Mais surpreendentemente, foi verificado que uma combinação do tamanho de espaço como definido acima, com uma distribuição estreita de tamanho e com alta porosidade confere ao produto reconstituído propriedades organolépticas melhoradas em termos de textura da espuma, estabilidade e quantidade.

Embora não sejam excluídos pela presente invenção, a presença de um formador de creme, proteínas lácticas, gordura, sais estabilizantes, etc. que têm sido usados em vários dos produtos da técnica anterior, não é necessária para prover um produto espumante. Uma bebida espumante pode, assim, ser obtida, sem o uso de quaisquer aditivos, simplesmente modificando os parâmetros acima mencionados das partículas de pó. Em uma modalidade, um pó para bebida da invenção inclui um formador de creme e/ou um branqueador.

O uso do pó da invenção para a preparação de uma bebida instantânea é, assim fornecido. Preferivelmente, a bebida instantânea é café. A reconstituição do pó da invenção em um líquido provê uma bebida instantânea tendo uma crema de pelo menos 10 ml (quando usando 5 g de pó em 200 ml de água). Isto é uma melhoria considerável em relação a produtos conhecidos como mostrado na figura 3.

Um método para preparar o presente pó para bebida instantânea é ilustrado na figura 4. Em uma primeira etapa, um extrato para bebida instantânea é submetido a alta pressão, tipicamente 5 a 40 MPa (50 a 400 bar), preferivelmente 15 MPa a 35 MPa (150 a 350 bar). Antes e/ou após a bomba de alta pressão (2), o extrato pode ser misturado em um dispositivo de mistura (1). A bebida instantânea é assim transportada para um bico de atomização (3) com uma bomba de alta pressão (2). Em uma modalidade preferida, o extrato é um extrato de café tendo um teor de matéria seca de 35 a 70% em uma temperatura de 10 a 70°C, preferivelmente de 30 a 70°C. Pode ser vantajoso manter baixo o teor de óleo do extrato de café.

Gás é adicionado ao extrato pressurizado, por exemplo, em uma modalidade entre a bomba de alta pressão (2) e o bico de atomização (3). Em outra modalidade, gás é adicionado ao extrato antes da bomba de alta pressão. Tipicamente, o gás é selecionado entre nitrogênio, dióxido de carbono, óxido nitroso ou argônio. Preferivelmente é nitrogênio. A quantidade de gás adicionado é controlada de tal forma que todo o gás seja solubilizado no extrato. O gás pode ser adicionado com água ou com uma solução aquosa. Assim, a água ou solução aquosa pode ser saturada ou supersaturada com o referido gás. Nesse caso, a água ou solução aquosa é adicionada ao extrato pressurizado. A água ou solução aquosa pode conter adicionalmente aromas, promotores de espuma, componentes estabilizantes de espuma etc.. Um dispositivo de agitação/mistura rotativo ou misturador estático (1) pode ser usado para assegurar uma concentração constante do gás dissolvido. O extrato pressurizado é então pulverizado no bico de atomização (3).
 15 Devido à queda rápida de pressão no bico de atomização, o gás dissolvido se solta e forma bolhas de gás nas gotículas pulverizadas. A temperatura da torre durante a secagem por pulverização pode, por exemplo, ficar entre 70 e 115°C. A estrutura porosa do pó para bebida instantânea resultante é, então, solidificada por calor (secagem por pulverização).

20 Uma bebida instantânea que pode ser obtida pelo método descrito acima também faz parte da presente invenção.

A presente invenção é adicionalmente ilustrada pelo seguinte exemplo não-limitativo.

Exemplos

25 Pós para bebida instantânea da invenção foram produzidos por:

- extração a 85% de mistura de café Robusta com tecnologia de processamento de café solúvel padrão, e então concentração do extrato a um teor de matéria sólida de 45 a 55%.
- Aquecimento do extrato a uma temperatura entre 50 e 60°C e

30 pressurização do mesmo a uma pressão entre 13 e 16 MPa (130 e 160 bar) a uma vazão de extrato entre 600 e 800 kg/h. Injeção de 1 a 3 (por exemplo, 1,3 ou 2,0) NI/kg de sólidos de nitrogênio no extrato pressurizado a 15 MPa

(150 bar) levando à solubilização do nitrogênio.

- Secagem por spray do extrato a 70 a 90°C de temperatura de torre.

Porosímetro de mercúrio para avaliar porosidade de partícula

5 AutoPore IV 9520 foi usado para a avaliação de estrutura (Micromeritics Inc. Norcross, GA, USA). A pressão de operação para intrusão de Hg foi de 2,8 kPa (0,4 psia) a 620 kPa (90 psia) (com porta de baixa pressão de 2,8 kPa (0,4 psia) a 276 kPa (40 psia) e porta de alta pressão de 138 a 620 kPa (de 20 a 90 psia)). O diâmetro de espaços nesta pressão ficou na
10 faixa de 500 a 2 μm .

 Amostras de cerca de 0,1 a 0,4 g foram precisamente pesadas e acondicionadas em um penetrômetro (volume de 3,5 ml, diâmetro do pescoço ou haste capilar 0,3 mm e volume da haste de 0,5 ml).

 Após o penetrômetro ter sido inserido na porta de baixa pressão,
15 a amostra foi evacuada em uma razão de 7,6 kPa/min (1,1 psia /min), sendo então esta taxa alterada para uma taxa média a 3,5 kPa (0,5 psia) e uma taxa rápida a 900 $\mu\text{m Hg}$. O objetivo da evacuação era de 60 $\mu\text{m Hg}$. Após alcançar o objetivo, a evacuação foi continuada por 5 min antes do Hg ser carregado.

20 A medição foi realizada em equilíbrio em tempo determinado; isto é, os dados devem ser aferidos nos pontos de pressão após equilíbrio durante um tempo determinado (10s) (modo de equilíbrio em tempo determinado (10s)). Aproximadamente 140 pontos de dados foram coletados nas faixas de pressão.

25 O volume principal (bulk volume) da amostra é obtido a partir do volume inicial de mercúrio e do porta-amostra. O volume dos espaços entre partículas é obtido após intrusão com mercúrio até 2 μm . Subtração dos vazios entre partículas do volume aparente da amostra fornece o volume das partículas. O volume do espaço vazio na partícula é obtido subtraindo o volume da matriz de café do volume das partículas. O volume da matriz de café é obtido a partir do peso da amostra e da densidade da matriz de café. A
30 porosidade de partícula é a razão de volume de vazios na partícula para o

volume da partícula.

Determinação da estrutura interna das partículas de café por tomografia microcomputadorizada de raios X e análise de imagens em 3D

Aquisição de imagens

5 Varreduras de tomografia de raios X foram realizadas com um Skyscan MCT (Antuérpia, Bélgica) modelo 1172 com um feixe de raios X de 80KV e 100 μ A. Varreduras foram realizadas com o programa Skyscan (vídeo 1,5 (MODELO 0) A (câmara Hamamatsu 10 Mp) , reconstrução com o programa Skyscan recon (vídeo 1.4.4).

10 Partículas de café foram escaneadas em um tubo de poliestireno (diâmetro de 1,6 mm, altura de 2 mm), ou uma fita adesiva (com diâmetro máximo de 4 mm) foi coberta por uma camada de partículas de café e escaneada. Para um tamanho de pixel de 1 μ m, a câmara foi ajustada em 4000 x 2096 pixels e colocada na posição Longe. Tempo de exposição foi de 2356 ms. Varredura foi realizada por 180°, a etapa de rotação foi de 0,3° e o parâmetro de estabilização de imagem foi 4.

A reconstrução do conjunto de dados foi realizada com 400 cortes em média com os ajustes de contraste em 0,008 a 0,22. Atenuação (smoothing) e redução de técnica fato de anéis foram ajustadas a 1 e 5, respectivamente.

Análise tridimensional das imagens

Análise de imagens 3D foi realizada nos conjuntos de dados de 1 μ m por pixel com programa CTAn (vídeo 1.7.0.3, 64-bit). A análise foi realizada em duas etapas: (i) uma primeira etapa para selecionar as partículas a serem analisadas excluindo os vazios entre partículas, (ii) a segunda etapa para obter a distribuição da porosidade das partículas. O valor de porosidade de partícula obtido por esta técnica corresponde proximamente à porosimetria de mercúrio.

(i) Seleção das partículas, isto é volume de interesse:
30 as imagens com resolução de 1 μ m por pixel em níveis de cinza (255 níveis de cinza) foram segmentadas em um nível de cinza de 30, limpas por remoção de quaisquer pontos únicos menores que 16 pixels, e então

ampliadas por morfologia matemática (raio de 3 pixels). A seleção do volume de interesse foi realizada através da função "shrink-wrap" , e então este volume foi erodido por morfologia matemática (raio de 3 pixels) para se ajustar à superfície das partículas.

5 (ii) Distribuição de espaços nas partículas:

as imagens em níveis de cinza foram recarregadas e segmentadas em um nível de cinza de 40. A porosidade das partículas foi então calculada como a razão do volume de espaços em relação ao volume de partículas, o volume de partículas sendo igual ao volume de interesse definido acima (i). A separação de estruturas forneceu a distribuição de tamanho de espaços de partículas.

Pós para bebida foram produzidos pelo método descrito acima e caracterizados pelos métodos descritos acima. Os resultados são fornecidos nas figuras 1, 2 e 3, em que PI I e PI II são pós para bebida da invenção produzidos a partir de extrato de café, e PA I, PA II e PA III, são pós para bebida produzidos a partir de extrato de café por métodos da técnica anterior. PA II e PA III são pós de café solúvel comerciais comercializados como fornecendo uma bebida expressa com boa crema. A figura 6 mostra exemplos típicos da estrutura de partículas da bebida de café da invenção.

REIVINDICAÇÕES

1. Pó para café instantâneo ou mistura café/chicória compreendendo partículas de pó porosas, caracterizado pelo fato que as partículas de pó apresenta uma porosidade de pelo menos 65%, sendo que as ditas partículas de pó apresentam poros apresentando um diâmetro médio D_{50} inferior a 80 microns, e sendo que os ditos poros apresentam uma distribuição de tamanho definida por um fator de amplitude de distribuição inferior a 4.

2. Pó, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a porosidade de partículas de pó está entre 65 e 85%, mais preferivelmente entre 65 e 80%, ainda mais preferivelmente entre 65 e 75%, no máximo da preferência entre 70 e 75%.

3. Pó, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que as partículas de pó apresentam poros apresentando um valor de diâmetro médio D_{50} entre 10 e 60 microns, mais preferivelmente entre 10 e 40 microns, no máximo da preferência entre 10 e 25 microns.

4. Pó, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que compreende ainda um formador de creme e/ou branqueador.

5. Uso de um pó, como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que é para preparação de uma bebida instantânea.

6. Uso, de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que a bebida instantânea apresenta uma crema de pelo menos 10 mL quando se utilizam 5 g de pó em 200 mL de água desionizada a 85°C.

7. Uso, de acordo com a reivindicação 5 ou 6, caracterizado pelo fato de que a bebida instantânea é café.

8. Método para fabricação de um pó para café instantâneo ou mistura de café/chicória, como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que compreende as etapas de:

a. Submeter um extrato de café instantâneo ou de mistura de café/chicória a uma pressão de 5 a 40 MPa (50 a 400 bar), preferivelmente 15 MPa a 40 MPa (150 a 400 bar),

- b. Adicionar gás ao extrato pressurizado, e
- c. Pulverizar e secar o extrato para formar um pó para bebida

instantânea.

5 9. Método, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que o gás é selecionado dentre nitrogênio, dióxido de carbono, óxido nitroso, preferivelmente nitrogênio.

10. Método, de acordo com a reivindicação 8 ou 9, caracterizado pelo fato de que o gás é adicionado com água ou com uma solução aquosa.

10 11. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 8 a 10, caracterizado pelo fato de que a água ou solução aquosa compreende aromas, promotor de espuma, componentes estabilizantes de espuma, etc.

12. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 8 a 11, caracterizado pelo fato de que a água ou solução aquosa é saturada ou supersaturada com gás.

15 13. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 8 a 12, caracterizado pelo fato de que a secagem é atomização.

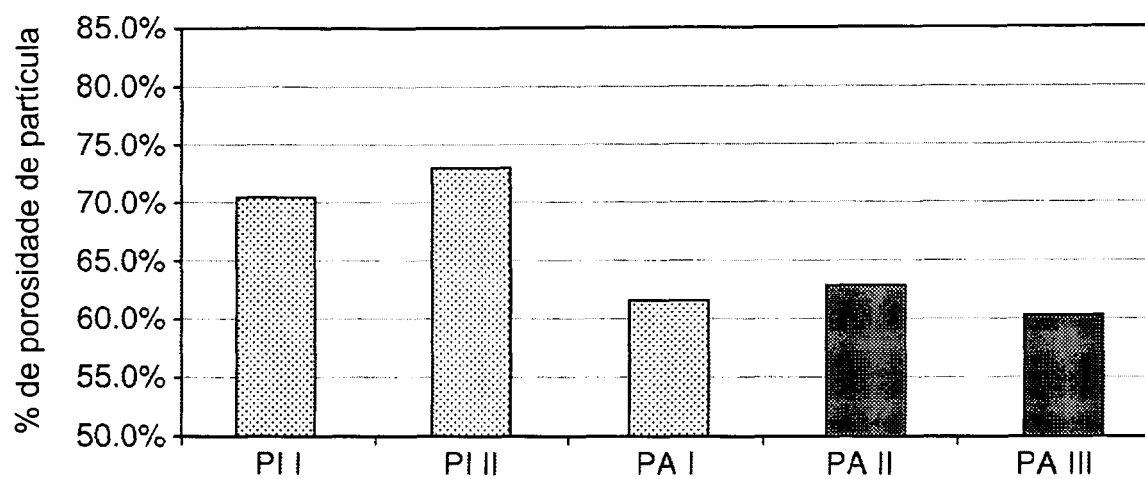


FIG. 1

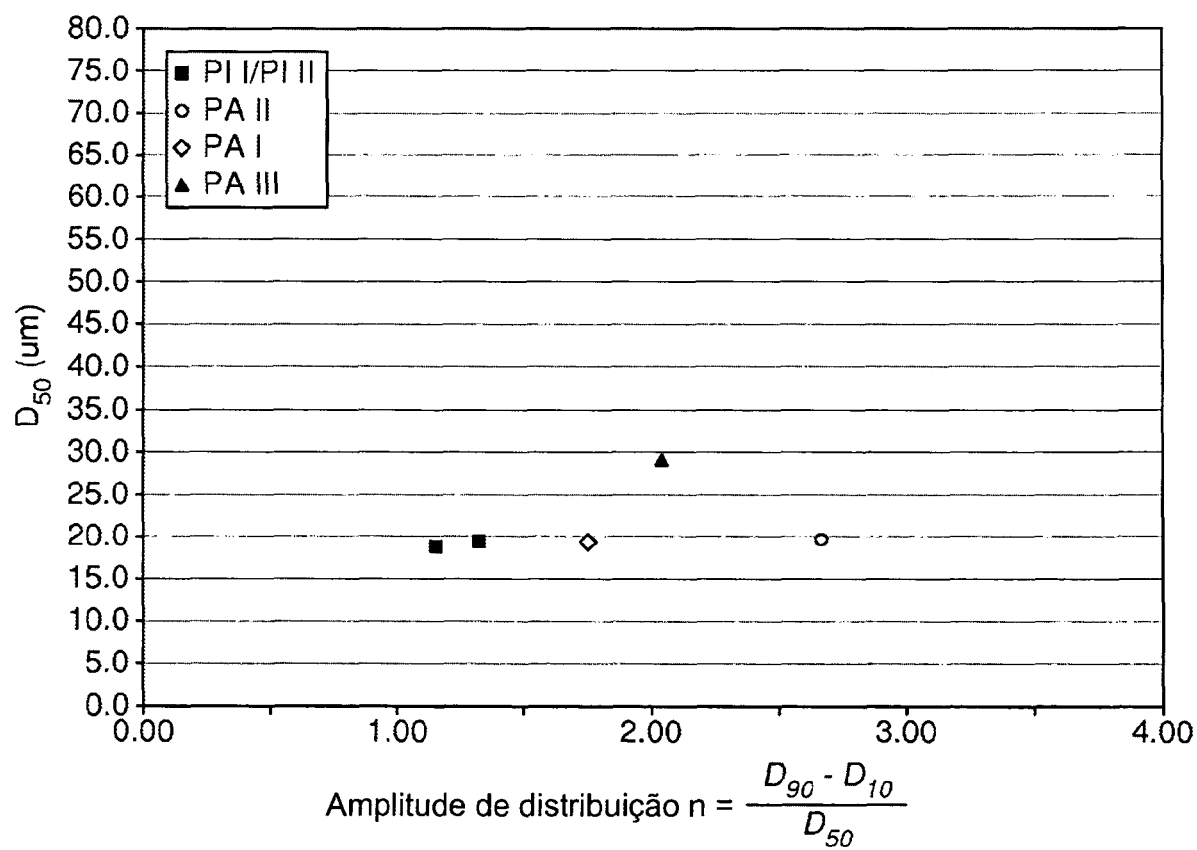


FIG. 2

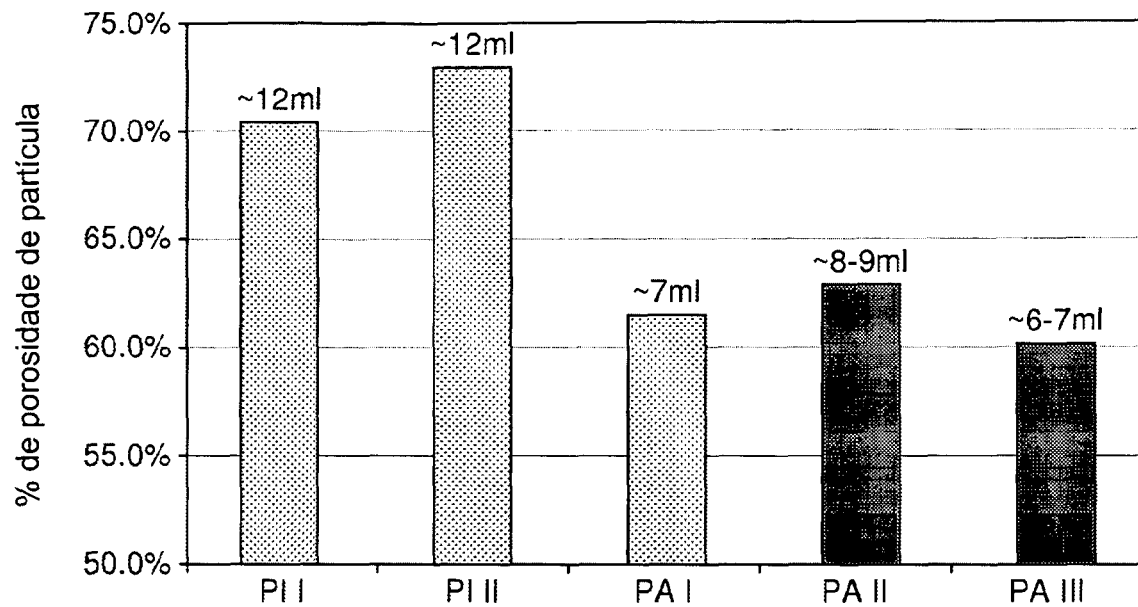


FIG. 3

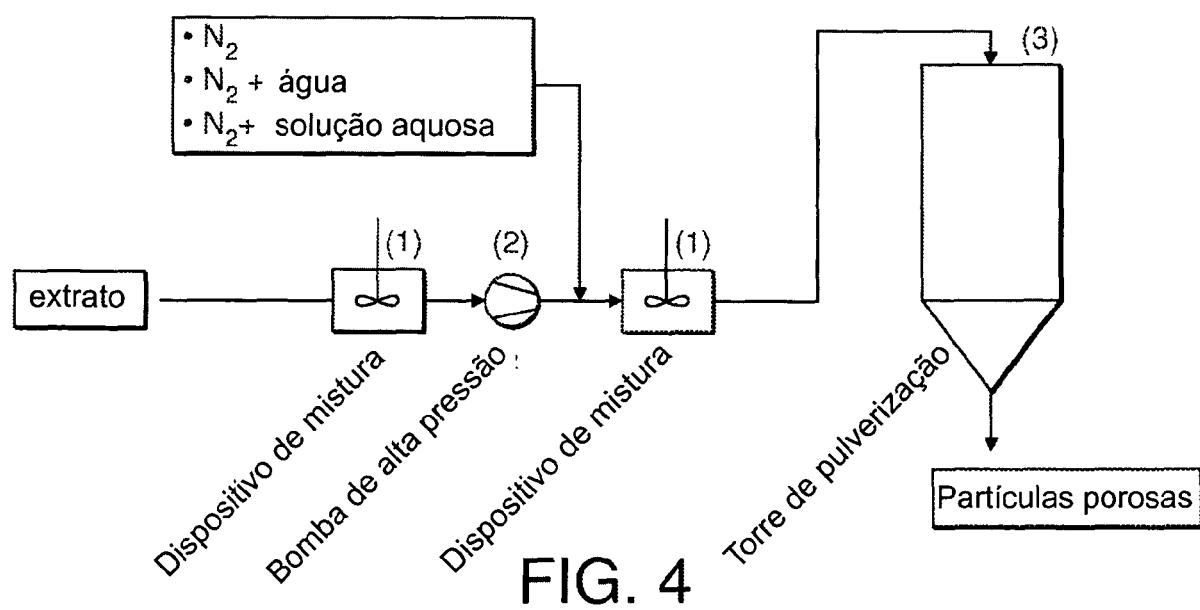


FIG. 4

3/4

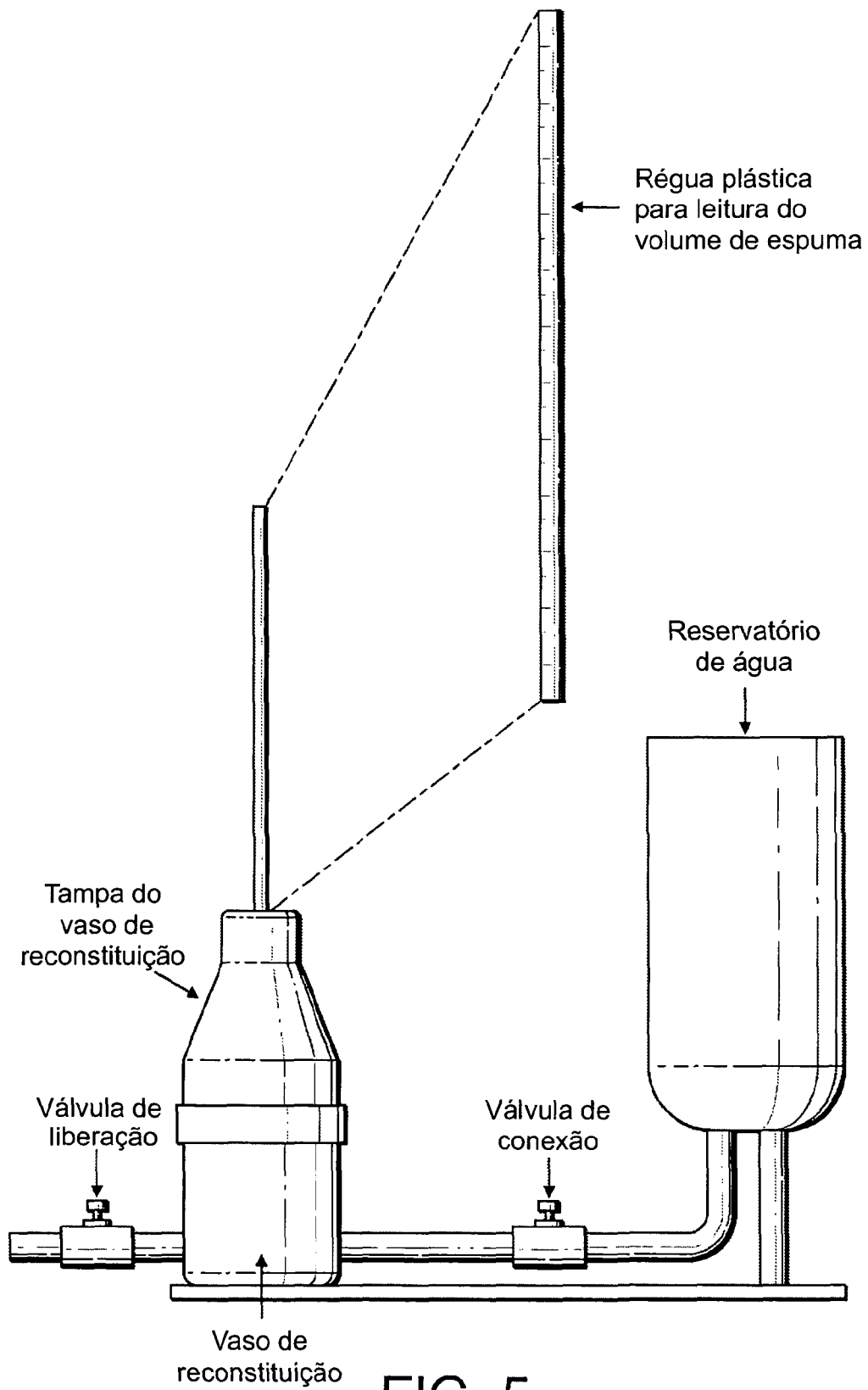


FIG. 5

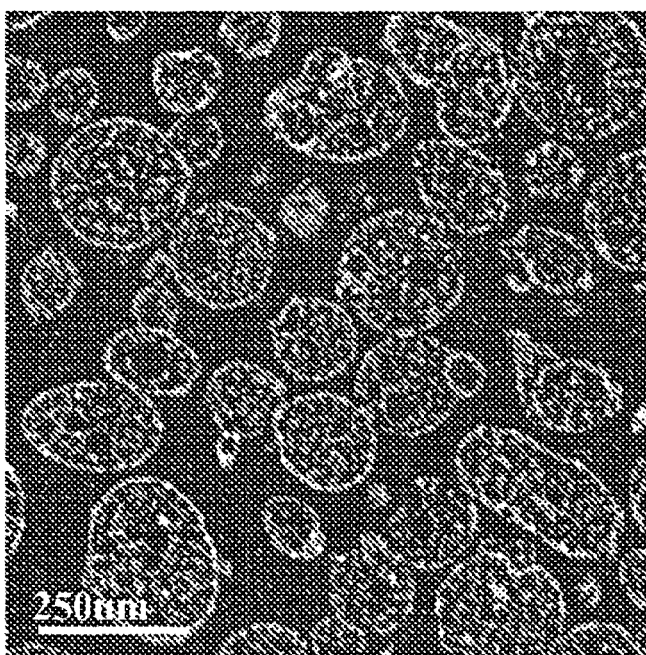
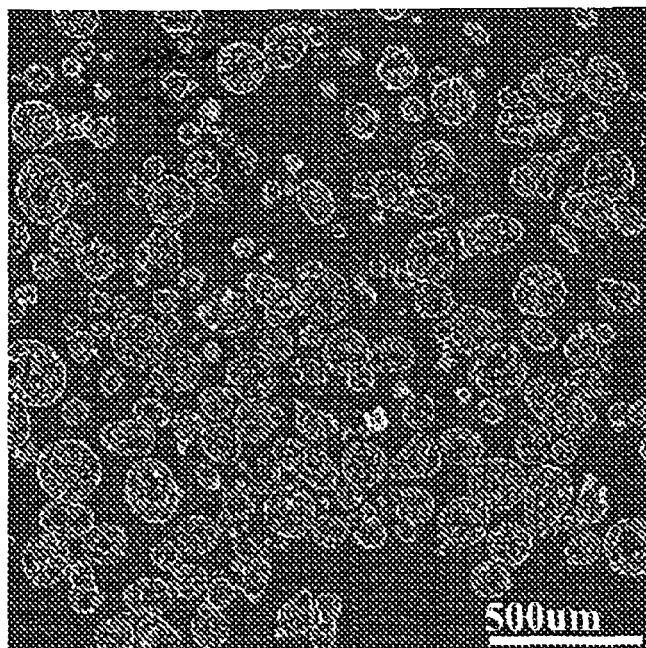


FIG. 6