



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 331 154**

51 Int. Cl.:
A23F 5/18 (2006.01)
A23L 2/84 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06742731 .0**
96 Fecha de presentación : **28.04.2006**
97 Número de publicación de la solicitud: **1887876**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **20.02.2008**

54 Título: **Producto a base de café soluble.**

30 Prioridad: **24.05.2005 EP 05104424**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
22.12.2009

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
22.12.2009

73 Titular/es: **Nestec S.A.**
avenue Nestlé 55
1800 Vevey, CH

72 Inventor/es: **Bel-Rhlid, Rachid;**
Kraehenbuehl, Karin;
Lerch, Konrad y
Aeschbach, Robert

74 Agente: **Isern Jara, Jorge**

ES 2 331 154 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Producto a base de café soluble.

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un producto de café, un método de preparación de dicho producto de café, y al empleo de enzimas, adsorbentes y/o extracción con disolventes para tratar un extracto de café, de manera que se obtenga dicho producto.

10 **Antecedentes de la invención**

Una bebida de café se obtiene generalmente en tres pasos, los cuales incluyen el tostado de los granos verdes, la molienda de los granos tostados y a continuación la extracción de los componentes de café de los granos molidos. Dentro del paso de tostado, el tratamiento térmico genera una gran variedad de moléculas de aroma y sabor que no están presentes en el grano verde original. Las transformaciones químicas implicadas en el proceso de tostado son numerosas, y hasta la fecha no están completamente aclaradas. Las reacciones y transformaciones químicas que se sabe que ocurren durante el proceso de tostado, incluyen por ejemplo, la deshidratación, las reacciones de Maillard, la caramelización, la pirólisis, la hidrólisis, y la fragmentación.

El amargor del café es un resultado conocido del proceso de tostado. No está solamente influenciado por el nivel de tostado (los cafés más oscuros son conocidos por ser más amargos), sino también por la variedad de café y la composición química (precursores del sabor) del grano verde.

Está bien establecido que el sabor amargo del café no gusta a una significativa proporción de consumidores. Se han efectuado por lo tanto varias tentativas para reducir el amargor u otros atributos indeseables que pueden estar presentes en el café.

La patente EP-A1-861596 (Kraft General Foods) describe la eliminación de precursores ácidos como por ejemplo, lactonas y ésteres de un extracto de café, mediante el tratamiento con álcali para convertir los precursores en sales, seguido a continuación por la neutralización con un ácido seleccionado entre el ácido fosfórico, ácido fumárico, ácido málico, ácido tartárico y ácido adípico.

La patente JP-A-9094080 (Fujiya KK), describe la hidrólisis de los granos de café con un álcali y la neutralización de la solución obtenida con un ácido, con el fin de reducir el gusto ácido y eliminar el amargor.

La patente EP-A-474005 (Jacobs Suchard AG) se refiere a un procedimiento para mejorar el sabor de los extractos de café mediante la separación de los componentes indeseables del extracto empleando un tamiz molecular alcalino con un tamaño de poro desde 0,3 a 1,0 mm.

La patente JP 2001-321116 (Kikkoman Corp) describe el empleo de la tanasa o esterasa del ácido clorogénico para eliminar el amargor y la astringencia de los granos de café.

Se ha descubierto ahora que ciertos compuestos fenólicos del café contribuyen a aumentar el amargor del producto. En particular, se ha descubierto que las lactonas del ácido clorogénico (a partir de ahora denominadas "CAL") son particularmente problemáticas a este respecto.

Las lactonas del ácido clorogénico se forman a partir de los ácidos clorogénicos. Los dos tipos de compuestos se encuentran en el café tostado aunque se ha descubierto que los ácidos clorogénicos contribuyen mucho menos, si es que contribuyen, al sabor amargo en comparación con las lactonas del ácido clorogénico. Además, se ha demostrado que los ácidos clorogénicos tienen una actividad antioxidante *in vitro* (por ejemplo el enmascaramiento de radicales, la resistencia a la oxidación de LDL, la protección a dañar el ADN) y un efecto antimutagénico *in vivo* sobre el intestino grueso, hígado y lengua en ratas y hamsters. Adicionalmente, los ácidos clorogénicos son capaces de reducir la secreción sistémica de ácido en el estómago, protegiendo la mucosa gástrica contra irritaciones posiblemente responsables de la acidez.

Por lo tanto es altamente deseable proporcionar un producto de café que tenga un amargor reducido, y el cual al mismo tiempo, retenga cantidades significativas de compuestos beneficiosos para la salud.

Además, es deseable tratar un producto de café tostado de forma que se reduzcan los niveles de lactonas del ácido clorogénico y se mantenga todavía o, por lo menos se reduzca a una extensión mucho menor, la cantidad de ácidos clorogénicos presentes.

Las lactonas del ácido clorogénico están descritas en la publicación "Análisis of Bitter Fractions of Roasted Coffee by LC-ESI-MS/New Chlorogenic Acid Derivatives" ("Análisis de las fracciones amargas del café tostado, mediante LC-ESI-MS/Nuevos derivados del ácido clorogénico"), M. Ginz, U.H. Engelhardt, Institute of Food Chemistry, Technical University of Braunschweig, Schleinitzstrasse 20, DE-38118, Alemania. Este documento se refiere al aislamiento de las lactonas del ácido clorogénico a partir del café, e investiga la contribución de dichas lactonas al amargor que

se percibe en la bebida de café tostado. Sin embargo, no da ninguna indicación de cómo preparar un producto de café tostado que tenga niveles reducidos de lactonas de ácido clorogénico, pero que mantenga substancialmente los niveles de ácidos clorogénicos.

5 Además, ninguno de los documentos mencionados más arriba parece diferenciar entre ácidos clorogénicos y lactonas de ácidos clorogénicos, y así no aborda el problema de cómo disminuir el último componente sin reducir a la vez significativamente el contenido de ácidos clorogénicos.

10 En vista de lo antedicho, la presente invención busca proporcionar uno o más de los beneficios antes mencionados y/o abordar uno o más de los problemas antes mencionados.

Resumen de la invención

15 Así, de acuerdo con un primer aspecto de la presente invención, se proporciona un producto a base de café derivado de granos de café tostados y molidos, en donde el ratio en peso de 5CQA a 3CQAL (ver más adelante) en el producto está en el margen de 12: 1 a 1000.000:1.

20 De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, se proporciona un producto de café soluble, derivado de granos de café tostados y molidos, en donde el ratio en peso del CQA total (como se ha definido en la presente), está en el margen de 22: 1 a 1.000.000:1.

25 Todavía en otro aspecto, la invención proporciona un método para la preparación de una composición de café líquido que tiene un reducido contenido de lactonas de ácido clorogénico, el cual método comprende el paso de tratamiento del extracto de café con una enzima, de manera que se hidrolice una porción de las lactonas de ácido clorogénico presentes en el extracto.

Todavía en otro aspecto, la invención consiste en el empleo de una enzima en el tratamiento de un producto de café, como por ejemplo un extracto de café, para reducir el amargor de una bebida de café, en donde la enzima elimina selectivamente las CAL con preferencia a los ácidos clorogénicos.

30 El nivel de las CAL puede también reducirse poniendo en contacto un extracto de café con un adsorbente o un disolvente, en determinadas condiciones.

35 Así, la invención se refiere también a un método para el tratamiento de un extracto de composición de café con el fin de reducir el nivel de las CAL, el cual método comprende los pasos de:

(i) tostado y molienda de los granos de café para proporcionar un producto molido;

40 (ii) extracción del producto molido con agua y/o vapor, para obtener un extracto; y

(iii) puesta en contacto del extracto con un adsorbente sólido,

45 en donde el adsorbente es adecuado para eliminar los componentes apolares y se satura, por lo menos parcialmente, con ácido clorogénico y, opcionalmente, cafeína.

50 En este otro aspecto, la invención proporciona también el empleo de un adsorbente sólido como se ha definido anteriormente para eliminar las CAL de un extracto de café para proporcionar una composición de café que tenga un amargor reducido.

La invención se refiere adicionalmente a un método para el tratamiento de un producto de café con el fin de reducir el nivel de las CAL, el cual método comprende los pasos de:

55 (i) tostado y molienda de los granos de café para proporcionar un producto molido;

(ii) extracción del producto molido con agua y/o vapor, para obtener un extracto;

y

60 (iii) puesta en contacto del extracto con un disolvente orgánico,

en donde el disolvente es adecuado para la eliminación de componentes apolares y se satura, por lo menos parcialmente, con ácido clorogénico y, opcionalmente, cafeína.

65 En este aspecto, la invención proporciona también el empleo de un disolvente orgánico como se ha definido anteriormente para eliminar las CAL a partir de un extracto de café, para proporcionar una composición de café que tiene el amargor reducido.

En el contexto de la presente invención, la expresión “que comprende”, no es exhaustiva y no limita los pasos, ingredientes o componentes a los especificados después de la expresión “que comprende”, sino que está definida significando “incluyendo pero sin limitar a”.

5 Descripción detallada de la invención

La presente invención se refiere a productos que tienen una reducida cantidad de CAL y una cantidad de ácidos clorogénicos mantenida, o por lo menos no significativamente reducida. Las CAL comprenden una clase de compuestos que tienen las estructuras generales A ó B, que figuran en la figura 1. Los grupos OR₃, OR₄ y OR₅, pueden ser o bien uno o bien dos posibles epímeros. Los grupos R₃, R₄ y R₅ se seleccionan independientemente de cafeoilo, feruloilo, cumaroilo, dimetoxicinamoilo, sinapoilo ó H ó mezclas de los mismos. Cuando los grupos R₃ a R₅ comprenden una o más cadenas acilo, el doble enlace de la cadena acilo puede estar en la configuración “trans” o en la configuración “cis”. Los ácidos clorogénicos tienen la estructura general C como se muestra en la figura 1.

Ejemplos de algunas lactonas de ácidos clorogénicos vienen dados en la siguiente tabla.

TABLA 1

Nombre	Estructura	R3	R4	R5
Derivados de la lactona del ácido quínico				
Lactona del ácido 3- <i>O</i> -cafeoil-D-quínico (3CQAL)	A	cafeoilo	H	-
Lactona del ácido 4- <i>O</i> -cafeoil-D-quínico (4CQAL)	A	H	cafeoilo	-
Lactona del ácido 4- <i>O</i> -feruloil-D-quínico (3FQAL)	A	feruloilo	H	-
Lactona del ácido 4- <i>O</i> -feruloil-D-quínico (3FQAL)	A	H	feruloilo	-
Derivados del ácido clorogénico				
Acido 5- <i>O</i> -cafeoil-D-quínico (5CQA)	C	H	H	cafeoilo
Acido 4- <i>O</i> -cafeoil-D-quínico (4CQA)	C	H	cafeoilo	H
Acido 3- <i>O</i> -cafeoil-D-quínico (3CQA)	C	cafeoilo	H	H
CQA total = 3CQA + 4CQA + 5CQA	C			

Debe comprenderse que pueden existir otras lactonas de ácidos clorogénicos y otros ácidos clorogénicos, e incluso pueden estar presentes en el café, y que estas expresiones abarcan todos los compuestos que caen dentro de las fórmulas A/B ó C respectivamente.

Se ha descubierto ahora, que la lactona del ácido 3-*O*-cafeoil-D-quínico (llamado “3CQAL” en la presente) es particularmente representativa de todas las CAL en que las mediciones que muestran el efecto de los tratamientos sobre la 3CQAL son completamente indicativas de los efectos de dichos tratamientos sobre las CAL en general.

Así, es importante que el nivel de 3CQAL esté significativamente reducido en el producto final.

Al mismo tiempo, es deseable que la cantidad de ácidos clorogénicos (“CQA”), los cuales son los precursores de las CAL, se mantenga o por lo menos se reduzca a un grado mucho menor por la razones que se han mencionado en la presente. El ácido 5-*O*-cafeoil-D-quínico (en la presente denominado 5CQA”) es particularmente representativo de todos los CQA en los que las mediciones que muestran el efecto de los tratamientos sobre el 5CQA, son plenamente indicativos de los efectos de dichos tratamientos sobre los CQA en general.

Por lo tanto, en un aspecto, es esencial que el ratio en peso de 5CQA a 3CQAL sea 12:1 ó más, de preferencia 15:1 ó más, con más preferencia 20:1 ó más, con la mayor preferencia 50:1 ó más, por ejemplo 80:1 ó más.

Es deseable que una pequeña cantidad de lactonas del ácido clorogénico permanezcan en el producto para dar un sabor equilibrado a la bebida. Por lo tanto, el ratio en peso de 5CQA a 3CQAL es de 1.000.000:1 ó menos, de preferencia 750.000:1 ó menos, con más preferencia 500.000:1 ó menos, con la mayor preferencia 250.000:1 ó menos, por ejemplo 100.000:1 ó menos.

ES 2 331 154 T3

En otro aspecto los productos de acuerdo con la invención tienen un mayor ratio en peso de CQA total (suma de 3CQA, 4CQA y 5CQA) a 3CQAL. Así, el ratio en peso de CQA total a 3CQAL es de 22:1 ó más, de preferencia 30:1 ó más, con más preferencia 50:1 ó más, con la mayor preferencia 75:1 ó más, por ejemplo 100:1 ó más.

5 El ratio en peso de CQA total a 3CQAL es también de 1.000.000:1 ó menos, de preferencia 750.000:1 ó menos, con más preferencia 500.000:1 ó menos, todavía con más preferencia 250.000:1 ó menos, con mayor preferencia 100.000:1 ó menos, por ejemplo 50.000:1 ó menos.

10 Se ha descubierto también que los productos adecuados para emplear en la presente invención pueden tener un nivel reducido de 3CQAL con relación al nivel de la cafeína presente. Así, los productos de acuerdo con la invención pueden alternativamente y/o adicionalmente definirse por el nivel relativo de cafeína y 3CQAL.

15 El mantenimiento del nivel de cafeína o por lo menos su reducción a un grado mucho menor que el 3CQAL, puede ser también altamente deseable, puesto que es bien conocido que la cafeína aumenta a corto plazo la alerta mental.

Así, el ratio en peso de cafeína a 3CQAL es de preferencia 40:1 ó más, con más preferencia 70:1 ó más, todavía con más preferencia 100:1 ó más, con la mayor preferencia 130:1 ó más, por ejemplo 200:1 ó más.

20 Sorprendentemente, se ha descubierto también que el nivel de sales, como por ejemplo las sales de potasio, no está aumentado significativamente en los productos de la presente invención. Las sales de potasio son conocidas por contribuir al amargor y por lo tanto, altos niveles de dicho componente son claramente indeseables.

25 Así, los productos de café de la presente invención, comprenden de preferencia un 10% en peso o menos de sales de potasio, basado sobre el peso total de la materia seca del producto, con más preferencia un 8% en peso o menos, y con la mayor preferencia un 6% en peso o menos.

Tratamiento con enzimas

30 El paso durante el procesado del café en el que se efectúa el tratamiento con enzimas, no es tan esencial como el que tiene lugar antes de la formación del producto de café soluble final. Por lo tanto, el tratamiento con enzimas puede tener lugar sobre los granos de café después del tostado, después de la molienda y/o después de la extracción. Con mayor preferencia, el tratamiento con enzimas se efectúa sobre el producto extraído.

35 Con la palabra “extraído” se quiere significar que se ha empleado el agua y/o vapor para extraer la mezcla compleja de componentes de café a partir del grano de café tostado, y molido.

Enzimas

40 En un aspecto, los productos de la presente invención se preparan empleando una o más enzimas.

Las enzimas preferidas se seleccionan de las hidrolasas tales como las esterasas, las lipasas, la tanasa y la anhidrasa carbónica o mezclas de las mismas.

45 Las esterasas (EC 3.1.1.1) son particularmente preferidas. Una esterasa especialmente preferida es la esterasa de hígado de cerdo inmovilizada. Otra esterasa adecuada es, por ejemplo, la esterasa de hígado porcino.

50 La tanasa (EC 3.1.1.20) adecuada para emplear en la presente invención, incluye la tanasa del *Aspergillus oryzae* inmovilizada sobre Eupergit C. Esta tanasa inmovilizada está descrita en la patente EP-A-0777972, que se incorpora a la presente.

Ejemplos de lipasas adecuadas (EC 3.1.1.3) incluyen la lipasa de *Candida rugosa*, la lipasa de *Geotrichum Candidum*, lipasa de *Aspergillus niger* y la palatasa.

55 La anhidrasa carbónica (EC 4.2.2.1) es también adecuada para emplear en la presente invención.

Metodología

60 Una bebida de café se produce generalmente en tres pasos que abarcan el tostado de los granos de café, la molienda de los granos tostados y a continuación la extracción de los componentes del café a partir de los granos molidos.

65 En un primer método preferido, la molienda de café se extrae con agua y/o vapor a una temperatura específica y un gradiente de presión de acuerdo con los procesos de manufactura del café soluble ya conocidos por la persona experta en la técnica. El extracto resultante se pone en contacto a continuación con la enzima para la hidrólisis de preferencia de las CAL, y preservar los CQA tanto como sea posible.

En un segundo método preferido, la bebida de café soluble se prepara mediante una típica extracción casera de la bebida, como por ejemplo la preparación con un filtro. El extracto de café se somete a continuación al tratamiento enzimático como se describe más adelante.

ES 2 331 154 T3

La enzima puede ponerse en contacto con el extracto de café, de cualquier manera, mientras permita un tiempo suficiente de contacto para que las CAL se transformen adecuadamente. La enzima se elimina a continuación de la mezcla o, alternativamente, puede ser simplemente desactivada. Por ejemplo puede añadirse directamente al café una enzima no inmovilizada, en cuyo caso al final de la reacción la enzima se desactiva simplemente.

Alternativamente, la enzima puede fijarse sobre una capa de filtro o empaquetarse en una columna y el extracto pasarse a través de la misma. Con el tratamiento empleando enzimas inmovilizadas, el procedimiento puede ser por partidas (por ejemplo las enzimas se añaden, se hacen reaccionar y a continuación se separan por filtración), y/o en continuo (por ejemplo en una columna o reactor de lecho fijo, con la solución de café fluyendo a través del mismo).

La cantidad de enzima empleada dependerá de la preparación de la enzima individual, la actividad de la enzima, y su especificidad, pero puede ser fácilmente determinada por la persona experta mediante una simple experimentación.

Para la esterasa de hígado de cerdo, por ejemplo, la cantidad debería estar de preferencia dentro del margen desde 0,005 U/mg hasta 100 U/mg de materia seca en el extracto de café, con más preferencia desde 0,007 a 50 U/mg, con la mayor preferencia desde 0,01 hasta 10 U/mg, por ejemplo, 0,2 a 1 U/mg.

La temperatura a la cual debe efectuarse la reacción enzimática está de preferencia dentro del margen desde 10 a 80°C, con más preferencia desde 20 hasta 60°C, con la mayor preferencia desde 30 hasta 50°C.

El pH de la solución durante la reacción es de preferencia, desde 4,0 hasta 8,0, con más preferencia desde 4,5 hasta 7,0, con la mayor preferencia desde 5,0 hasta 6,5.

La duración de la reacción es típicamente desde 1 minuto hasta 72 horas, de preferencia desde 1 hora hasta 24 horas, con la mayor preferencia desde 1 hora hasta 4 horas.

La cantidad de extracto seco del café debe estar de preferencia dentro del margen desde 1 g/litro hasta 500 g/litro, con más preferencia desde 10 g/litro hasta 100 g/litro.

Tratamiento con adsorbente

Alternativamente y/o adicionalmente, el producto de acuerdo con la invención puede prepararse poniendo en contacto un extracto acuoso de café con un adsorbente bajo ciertas condiciones.

Adsorbente

El adsorbente se selecciona de preferencia a partir de aquellos que son adecuados para retener componentes apolares.

Los adsorbentes particularmente preferidos para emplear en el método de la presente invención, incluyen el carbón activo, el poliestireno divinilbenceno (adquirible como XAD4, XAD16, ex Supelco), PVPP (adquirible como Polycar, ex Sigma) y Eupergit C y C 250L (copolímeros de N,N'-metileno-bis- (metacrilamida), metacrilato de glicidilo, alil glicidil éter y metacilamida, ex Rohm GmbH).

El más preferido es el XAD16 debido a su selectividad para compuestos apolares y su idoneidad para el procesado continuo.

El adsorbente está, por lo menos parcialmente, saturado con ácidos clorogénicos y, opcionalmente, cafeína. Esto ayuda a prevenir la eliminación de los ácidos clorogénicos y de la cafeína del extracto cuando se pasa a través del adsorbente.

La parcial o completa saturación puede lograrse mediante la presaturación del adsorbente con los compuestos específicos deseados. Alternativamente, dos o más partidas de extracto de café a tratar pueden pasarse a través del adsorbente de forma que lo sature con los compuestos deseados. Se ha descubierto que cuando 2 partidas a tratar se emplean con un ratio de 1 g de extracto de café a 1 g de adsorbente por partida, la absorción de ácidos clorogénico y cafeína de otros extractos se reduce espectacularmente.

Con el fin de que el adsorbente pueda ser por lo menos parcialmente saturado con ácidos clorogénicos y, opcionalmente cafeína, es deseable que el adsorbente esté en forma sólida.

Se prefiere particularmente que el adsorbente sea granulado, aunque el adsorbente puede estar en forma de gel, presente como una matriz o en cualquier otra forma adecuada a través de la cual pueda ser pasado el extracto de café.

De preferencia, el adsorbente granulado tiene un tamaño de partícula de 10 hasta 100, con mayor preferencia de 20 a 60 mallas (húmedo): es deseable que el diámetro medio del poro sea desde 50 hasta 150, con mayor preferencia desde 80 hasta 120 Å. El volumen del poro es de preferencia de 1,4 a 2,2, con más preferencia de 1,6 a 2,0 ml/g, y el área de la superficie del disolvente debe ser de preferencia de 500 a 1300, con mayor preferencia de 650 a 950 m²/g.

ES 2 331 154 T3

La invención proporciona también el empleo de un adsorbente sólido en el tratamiento de un extracto de café de forma que se reduzca el nivel de la CAL y con ello proporcionar una composición de café con un amargor reducido.

5 El adsorbente sólido se proporciona típicamente en una columna u otro recipiente adecuado, a través del cual pueda pasarse el extracto de café. Aunque la naturaleza del recipiente no es esencial para la invención, es importante que el adsorbente esté inmovilizado en el recipiente. Esto puede lograrse, por ejemplo, proporcionando una columna que tenga unos medios filtrantes en ambos extremos, teniendo estos medios filtrantes un tamaño de poro más pequeño que el diámetro del adsorbente.

10 Alternativamente, el adsorbente puede inmovilizarse sobre un soporte sólido que esté localizado dentro del recipiente y pueda sacarse del mismo. Esto es ventajoso puesto que permite que el adsorbente pueda retirarse, por ejemplo, para reemplazarlo una vez ha dejado de ser efectivo, y tiene que introducirse un nuevo adsorbente sin tener que desmontar el recipiente.

15 *Metodología*

En un primer método preferido, se prepara primeramente un extracto de café, mediante el tostado y la molienda de granos de café, para proporcionar un producto molido seguido por la extracción de un licor de café a partir del producto molido, empleando agua.

20 En la modalidad por partidas, una parte del extracto se trata a continuación con una porción de adsorbente sólido, de preferencia en un ratio de 1 g de extracto de café (Tc) a 1 g de adsorbente. Después de agitar, el extracto de café se separa por filtración y el adsorbente recuperado se emplea para el tratamiento de otra porción de extracto de la misma manera. Este procedimiento se repite varias veces hasta que el adsorbente está agotado. A continuación se reemplaza por una porción nueva.

25 En la modalidad en continuo, el extracto se trata con un adsorbente, de preferencia un adsorbente sólido, el cual está inmovilizado en un recipiente, de preferencia una columna, por ejemplo una columna de vidrio o de acero inoxidable, pasando el extracto a través del recipiente a una velocidad fácilmente determinada por una persona experta en la técnica. Cuando el adsorbente está agotado, se retira y se reemplaza por una porción de adsorbente fresco.

El extracto de café tratado puede a continuación emplearse para la producción de productos de café líquidos y/o sólidos, de acuerdo con los procedimientos convencionales

35 *Extracción con disolvente*

Los productos de acuerdo con la invención pueden prepararse también mediante la extracción con disolvente empleando un disolvente que está por lo menos parcialmente saturado con ácido clorogénico y, opcionalmente cafeína.

40 El disolvente es un disolvente orgánico no miscible en agua, y se selecciona de preferencia a partir de aquellos que son adecuados para la extracción de componentes apolares. Los disolventes particularmente preferidos incluyen el hexano, diclorometano, dietiléter o acetato de etilo.

45 El disolvente más preferido es el acetato de etilo debido a su volatilidad y a la facilidad de eliminación.

La extracción es de preferencia líquido/líquido (extracto de café/disolvente), aunque la extracción sólido/líquido (moliendas de café o polvo de café soluble/disolvente) también es posible.

50 *Metodología*

55 Un extracto acuoso de café se prepara en primer lugar como se ha descrito más arriba. Una porción del extracto acuoso se trata a continuación con un volumen igual de acetato de etilo en un embudo de extracción. Después de la separación de las dos fases líquidas, la fase orgánica parcialmente saturada se vuelve a utilizar para una serie de otras porciones de extracto de café.

Productos finales

60 El extracto que se ha tratado empleando enzimas, adsorbentes, o extracción con disolvente, puede a continuación emplearse para preparar una variedad de productos finales diferentes. Por ejemplo, el extracto tratado puede liofilizarse, o secarse por pulverización de una manera convencional para formar un producto de café soluble instantáneo.

65 Alternativamente, el extracto puede emplearse para un concentrado de café líquido o por ejemplo, una bebida lista para beber. Para todas las preparaciones anteriores el producto final de café puede también emplearse en combinación con uno o más ingredientes tales como saborizantes, leche, nata, xicoria, cereales y azúcar.

Ejemplos

La invención se ilustrará ahora mediante los ejemplos siguientes no limitantes. Las muestras de acuerdo con la invención están señalizadas con un número y las muestras comparativas con una letra. A no ser que se diga otra cosa, todos los valores son tantos por ciento en peso de materia seca.

Ejemplo 1

Tratamiento enzimático del café soluble

Granos de café Robusta se tostaron y molieron. A continuación, se preparó un extracto acuoso tratando los granos de café molidos a una temperatura desde 110 hasta 130°C de manera que se obtuvo un rendimiento de aproximadamente el 25% en peso del peso total de los granos de café molidos. El extracto se secó por pulverización. 15 g del extracto de café seco se disolvieron en 500 ml de agua hirviendo. Después de enfriar a temperatura ambiente, la solución de café (50 ml) se distribuyó en ocho frascos de 100 ml. A las soluciones de café se añadieron varias cantidades de esterasa de hígado de cerdo inmovilizado (0,2 U/mg de café, 0,5 U/mg de café, y 1 U/mg de café). Los frascos se sumergieron en un baño de agua calentado a 40°C y las muestras fueron retiradas después de 0 horas, 2 horas, y 4 horas de duración de la reacción. Las mezclas se filtraron (filtros de 150 mm de diámetro) para eliminar la enzima y las soluciones de café obtenidas, se diluyeron a 1,3% de t.s. para el análisis sensorial.

Análisis de las muestras

Las muestras de café se preparan al 1% de t.s. en 70% de MeOH y se filtraron a través de filtros "syringe" de un tamaño de poro de 0,45 μm (Millipore SLHA 025 BS). Los ácidos clorogénicos, las lactonas y la cafeína, se cuantificaron mediante HPLC. Los análisis se realizaron empleando un sistema Agilent-1100 integrado, incluyendo una bomba binaria, automuestreador, horno de columna, detector de UV (Agilent, Palo Alto, CA) y un espectrómetro de masas tandem Q-Trap (AB/MDS Sciex, Concord, Canadá). Se inyectaron soluciones al 1% de t.s. (5 μl) en un CC 250/4 columna Nucleosil 100-5-C18 (Macherey-Nagel, Oensingen, Suiza). El sistema eluyente fue agua Millipore, 0,1% de TFA y CH₃CN ó agua Millipore, 0,1% de HCOOH y MeOH a 1 ml/minuto. Se emplearon curvas de calibración externa con estándares comercialmente disponibles o sintéticos, en el margen de 10-200 $\mu\text{g/ml}$ para cuantificar los compuestos individuales. Los resultados están dados en la siguiente tabla.

TABLA 2

Muestras tratadas con enzimas

Muestra	Enzima (1)	Tiempo (horas)	3CQAL (2)	Total CQA (2)	5CQA: 3CQAL (3)	CQA total: 3CQAL (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) esterasa de hígado de cerdo (U/mg de café)

(2) % en peso relativo a la cantidad total presente en el extracto sin tratar

(3) ratio en peso

ES 2 331 154 T3

Evaluación sensorial

La evaluación de los cafés se efectuó por un conjunto de 6 a 9 catadores. A cada participante le fueron presentadas diferentes muestras y se le pidió clasificarlas por su amargor en una escala lineal de 0 a 10, en donde 0 significaba ningún amargor y 10 significaba extremadamente amargo. Se efectuó un enjuagado con agua y un trozo de manzana sin piel entre muestra y muestra. Se incluyó 1 minuto de pausa entre cada serie de muestras para evitar el arrastre de impurezas. La adquisición de datos se realizó con el programa FIZZ (Biosystemes, Couternon, Francia). Se calculó el tanteo medio del panel para la "intensidad de amargor" y se trató mediante el Análisis de la Varianza. Este ensayo permite el cálculo del valor de F (ensayo de Fischer) y la determinación de si existe una diferencia significativa del amargor entre las muestras. Los resultados vienen dados en la siguiente tabla.

TABLA 3

Resultados sensoriales para las muestras tratadas enzimáticamente

Muestra	Café	Esterasa de hígado de cerdo (U/mg)	Tiempo (h)	Intensidad de amargor (tanteo medio de la cata)
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

n.d. significa no determinado

Los resultados demuestran que todas las muestras tratadas con enzima han logrado tanteos de amargor significativamente menores que la muestra de referencia (ensayo F, $P < 0,05$).

Ejemplo 2

Tratamiento con adsorbentes

Se preparó un extracto de café Robusta como se ha descrito en el ejemplo 1.

Método 1

(Muestras 7 a 14)

Se añadieron 3 g de Polyclar/PVPP (ex Sigma), ó 3 g de carbón activo (Norit C granulado), ó 3 g de XAD4 ó XAD16 (ambos ex Supelco), a 3 g de extracto de Robusta en 200 ml de agua Millipore. La suspensión se agitó a temperatura ambiente durante 2,5 horas y se filtró por papel de filtro (+Celite en el caso de carbón activo). El adsorbente recuperado y parcialmente saturado se empleó para otras dos partidas consecutivas de café fresco, de la misma manera. Los filtrados se liofilizaron en un aparato Virtis Benchtop K.

ES 2 331 154 T3

Método 2

(Muestra 15)

5 Se efectuó el tratamiento continuo sobre XAD16 (30 g, columna de 2 cm de diámetro interno x 20 cm de altura), como sigue. El adsorbente se suspendió en agua y se lavó con agua, etanol y de nuevo agua, y a continuación se llenó con él la columna. El extracto de café, 1,5% t.s. Se eluyó continuamente a través de la misma. Se recogieron fracciones de 200 ml a una velocidad de flujo de 20 ml/minuto y se liofilizaron como se ha descrito más arriba.

10 *Análisis de las muestras*

Las muestras se analizaron mediante HPLC como se ha descrito más arriba. Los resultados vienen dados a continuación.

15

TABLA 4

Tratamiento en fase sólida con adsorbentes frescos y parcialmente saturados

20

Muestra	Adsorbente (1)	Ciclo (2)	Rendimiento total (3)	CQA total (3)	Cafeína (3)	5CQA: 3CQAL (4)	CQA total: 3CQAL (4)	Cafeína: 3CQAL (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	Ninguno	Ninguno	100	100	100	9	20	34

55

(1) P significa Polyclar, C significa carbón activo, XAD4/XAD16 significa poliestireno divinilbenceno

(2) ciclo "1" significa que el adsorbente es fresco, el ciclo "3" significa que el adsorbente está parcialmente saturado (2 partidas de extracto han pasado ya a través del adsorbente, y la medida ha sido tomada en la tercera partida).

60

(3)% en peso relativo a la cantidad total presente en el extracto sin tratar.

(4) ratio en peso

65

ES 2 331 154 T3

Evaluación sensorial

La evaluación de las fracciones de café se efectuó como se ha descrito más arriba. Los resultados vienen dados en las siguientes tablas.

TABLA 5

Resultados sensoriales para los tratamientos de acuerdo con el método 1

Muestra	Intensidad del amargor (tanteo medio de la cata)
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

TABLA 6

Resultados sensoriales para tratamientos de acuerdo con el método 2

Muestra	Intensidad del amargor (tanteo medio de la cata)
15	2,6
D	5,4

Los resultados demuestran que todas las muestras tratadas con adsorbente lograron tanteos de amargor significativamente más pequeños que la muestra de referencia (ensayo F, $P < 0,05$).

Ejemplo 3

Extracción con disolventes

Se obtuvo un extracto de café Robusta como se ha descrito en el ejemplo 1. 3 g de extracto Robusta disueltos en 200 ml de agua Millipore se extrajeron con 200 ml de acetato de etilo. El extracto orgánico se empleó para tratar una segunda partida de extracto de café fresco (3 g en 200 ml) y el paso dos se repitió otras dos veces. Los extractos de café resultantes fueron tratados por separado con etanol (3 veces cada uno) y finalmente se liofilizaron.

ES 2 331 154 T3

Evaluación sensorial/analítica

La evaluación sensorial/analítica de las fracciones de café, se efectuó como se ha descrito más arriba. Los resultados vienen dados por la siguiente tabla.

TABLA 7

Extracción líquido/líquido con acetato de etilo parcialmente saturado

Muestra	Ciclos (1)	Rendimiento del extracto (2)	Tanteo sen- sorial (3)	5CQA; 3CQAL (4)	Total CQA: 3CQAL (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" significa que el disolvente es fresco; ciclo "4" significa que el disolvente está parcialmente saturado (habiendo sido extraídas previamente 3 partidas del extracto)

(2)% en peso relativo a la cantidad total presente en el extracto sin tratar

(3) intensidad del amargor (tanteo medio de la cata)

(4) ratio en peso

Los resultados demuestran que todas las muestras tratadas con disolvente lograron tanteos de amargor significativamente más pequeños que la muestra de referencia (ensayo F, $P < 0,05$).

Aunque la invención ha sido descrita con referencia a versiones específicas, no significa que esta descripción se haya efectuado en un sentido limitativo. Varias modificaciones de las versiones descritas así como también versiones alternativas de las invenciones serán aparentes a las personas expertas en la técnica, tomando como referencia la descripción de la invención. Se admite por lo tanto que las reivindicaciones del apéndice cubrirán dichas modificaciones que caen dentro del ámbito de la invención.

ES 2 331 154 T3

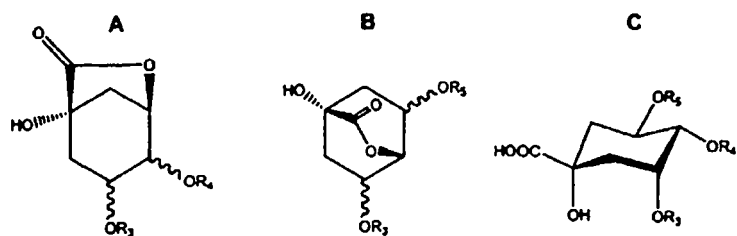
REIVINDICACIONES

- 5 1. Un producto de café derivado de granos de café tostados y molidos, en donde el ratio en peso del ácido 5-
0-cafeoil-D-quínico (5CQA) a la lactona del ácido 3-O-cafeoil-D quínico (3CQAL) en el producto, está dentro del
margen desde 12:1 hasta 1.000.000:1.
2. Un producto de café como se ha reivindicado en la reivindicación 1, en donde el ratio en peso de 5CQA a
3CQAL está dentro del margen desde 15:1 hasta 75.000:1.
- 10 3. Un producto de café como se ha reivindicado en la reivindicación 1, en donde el ratio en peso de 5CQA a
3CQAL está dentro del margen desde 50: 1 hasta 25.000:1.
- 15 4. Un producto de café derivado de granos de café tostados y molidos, en donde el ratio en peso de los ácidos
clorogénicos totales (CQA) a 3CQAL está dentro del margen desde 22: 1 hasta 1.000.000:1.
5. Un producto de café como se ha reivindicado en la reivindicación 4, en donde el ratio en peso del CQA total a
3CQAL está dentro del margen desde 30: 1 hasta 750.000:1.
- 20 6. Un producto de café como se ha reivindicado en la reivindicación 4, en donde el ratio en peso del CQA total a
3CQAL está dentro del margen desde 50:1 hasta 500.000:1.
7. Un producto de café como se ha reivindicado en la reivindicación 4, en donde el ratio en peso del CQA total a
3CQAL está dentro del margen desde 75:1 hasta 250.000:1.
- 25 8. Un producto de café como se ha reivindicado en la reivindicación 4, en donde el ratio en peso del CQA total a
3CQAL está dentro del margen desde 100: 1 hasta 100.000:1.
9. Un producto de café como se ha reivindicado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde
30 la cantidad de sal de potasio presente es el 10% ó menos en peso, basado sobre el peso total de materia seca en el
producto.
10. Un producto de café como se ha reivindicado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, obtenible
mediante el tratamiento de un extracto de café con una enzima.
- 35 11. Un producto de café como se ha reivindicado en la reivindicación 10, en donde la enzima es una hidrolasa.
12. Un producto de café según se ha reivindicado en la reivindicación 11, en donde la hidrolasa es una esterasa.
- 40 13. Un producto de café como se ha reivindicado en la reivindicación 12, en donde la esterasa es una esterasa de
hígado de cerdo, o una esterasa de hígado porcino.
14. Un método para la preparación de un producto de café líquido que tiene niveles reducidos de contenido de
lactonas de ácido clorogénico, el cual método comprende el paso de:
45 (i) tratamiento del extracto de café con una enzima para hidrolizar una porción de las lactonas de ácido clorogénico
presentes en el extracto.
- 50 15. Un método como se ha reivindicado en la reivindicación 14, en donde la enzima es una esterasa, de preferencia
la esterasa de hígado de cerdo o la esterasa de hígado porcino.
16. Empleo de una enzima en el tratamiento de un producto de café, tal como un extracto de café, para reducir el
amargor de la bebida de café, en donde la enzima reduce selectivamente la cantidad de lactonas de ácido clorogénico
presentes de preferencia a los ácidos clorogénicos.

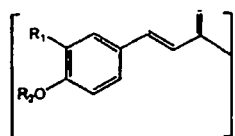
55

60

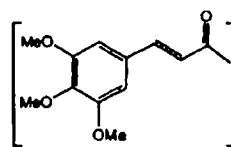
65



grupos acilo R3, R4, R5



R1=H, R2=H Cumarilo
 R1=OH, R2=H Cafeoilo
 R1=OMe, R2=H Feruloilo
 R1=OMe, R2=Me Dimetoxicinamoilo



Sinapoilo

Figura 1