

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :

2 480 088

(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 81 06634

-
- (54) Procédé de préparation d'un produit de café soluble à structure microporeuse.
- (51) Classification internationale (Int. Cl. 3). A 23 F 5/32.
- (22) Date de dépôt..... 2 avril 1981.
- (33) (32) (31) Priorité revendiquée : EUA, 10 avril 1980, n° 139,060.
- (41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 42 du 16-10-1981.
- (71) Déposant : GENERAL FOODS CORP., société constituée selon les lois de l'Etat de Delaware,
résidant aux EUA.
- (72) Invention de : Daniel Edward Dwyer Jr.
- (73) Titulaire : *Idem* (71)
- (74) Mandataire : Langner Parry,
7, rue de la Paix, 75002 Paris.
-

La présente invention concerne le café soluble et, plus particulièrement, elle concerne un procédé de préparation d'un produit de café soluble séché par lyophilisation, sous forme de particules ou de granules qui ont une microporosité unique en son genre, pouvant sorber et retenir des composés aromatiques volatils et libérer ces composés aromatiques volatils d'une manière déterminée.

Un grand nombre de produits de café soluble du commerce sont améliorés par des composés aromatiques volatils, 10 par combinaison du produit de café soluble avec de l'huile de café pure ou de l'huile de café enrichie en arôme, de façon à donner au produit de café soluble une qualité aromatique ressemblant davantage à celle du café torréfié et moulu. Cependant, l'aromatisation d'un produit de café 15 soluble avec de l'huile de café présente des problèmes de mise en oeuvre en usine dans la récupération de l'huile à partir des grains de café torréfiés et le traitement des grains de café dégraissés résultants et dans la conservation de l'huile.

20 En général, l'aromatisation de l'espace de tête de produits de café soluble sans utilisation d'huile de café comme source d'arôme ou vecteur d'arôme n'a pas rencontré un succès commercial net. On sait que les matières solides de café soluble produites de façon classique ne 25 possèdent pas la propriété de sorber, de retenir et de libérer des composés aromatiques volatils comme ceux qui sont contenus dans ou ajoutés à de l'huile de café.

Dans la demande de brevet français N° 79 25105, par exemple, il est décrit des particules de café soluble 30 poreuses ayant la possibilité de sorber de grandes quantités de matières aromatiques volatiles, de retenir les matières aromatiques pendant des périodes de temps prolongées puis de libérer les matières aromatiques dans des conditions d'utilisation répétées comme celles que l'on peut rencontrer 35 lors de l'ouverture et de la fermeture d'un récipient dans lequel les particules sont conditionnées. Les particules aromatisées de café soluble peuvent être ajoutées en petites quantités et mélangées ou ajoutées à des matières solides de

café soluble non aromatisées pour donner un produit de café soluble ayant un arôme de café désirable comme l'arôme de café fraîchement torréfié et moulu.

Les particules poreuses de café soluble ayant un diamètre moyen de moins de 200 microns sont caractérisées comme étant microporeuses, c'est-à-dire qu'elles ont une structure microporeuse dans laquelle le rayon le plus probable des pores est de 150 Å ou moins et le volume de pores par gramme de matières solides de café soluble sèches est de 3 à 30 microlitres par gramme. Ces particules de café soluble à structure microporeuse sont préparées par congélation instantanée d'une solution ou extrait aqueux de matières solides de café, comme par pulvérisation de la solution ou extrait dans un fluide à basse température et lyophilisation ultérieure des particules, sphères ou granules congelés.

Bien que les procédés décrits et revendiqués dans la demande de brevet susmentionnée permettent de produire du café soluble de structure microporeuse, on aurait intérêt à empêcher les pertes par entraînement dans l'équipement de lyophilisation, pertes qui peuvent se produire quand la dimension des particules, granules ou sphères congelés individuellement tels que préparés par congélation d'un produit pulvérisé n'est pas optimisée. En outre, il y aurait des avantages à obtenir un procédé de congélation encore plus régulé de façon à ce qu'on puisse déterminer de façon plus soigneuse les vitesses de congélation et donc la taille des cristaux de glace.

On a maintenant découvert que l'on peut obtenir un produit de café séché par lyophilisation à structure microporeuse en

(a) prérefroidissant une plaque métallique dans un réfrigérant liquide maintenu à une température de - 195°C à - 73°C ;

(b) immergeant rapidement la plaque dans une solution ou extrait aqueux de matières solides de café où une fine couche de l'extrait adhère et se congèle sur la plaque ;

(c) réimmergeant la plaque, sur laquelle adhère

l'extrait de café congelé, dans un réfrigérant liquide ;
 (d) enlevant l'extrait de la plaque et recueillant l'extrait congelé sous forme de flocons ;
 (e) broyant les flocons pour obtenir des

5 particules ; et

(f) lyophilisant les particules d'extrait congelé.

Les particules de café soluble lyophilisées résultantes, qui peuvent éventuellement être broyées à nouveau, ont une structure microporeuse qui les rend 10 appropriées pour sorber, retenir et libérer des composés volatils aromatiques.

Bien que l'on ne désire pas que la présente invention soit limitée par une quelconque explication théorique, il apparaît que la plupart si ce n'est la totalité 15 des équipements de congélation utilisent des courroies, tambours, etc, qui congèlent d'un côté, et présentent la complication du dégagement de grandes quantités de vapeur quand on utilise un réfrigérant comme, par exemple, de l'azote liquide, du gaz carbonique, des hydrocarbures fluorés, 20 etc. Cette vapeur gêne normalement le transfert de chaleur en augmentant la durée de congélation. Le procédé de la présente invention congèle la pellicule d'extrait sur les deux côtés de la plaque et, dans la première étape, pendant l'immersion de la plaque froide dans la solution, résout le 25 problème du dégagement de vapeur. Dans l'étape de réimmersion, de la vapeur se dégage mais le contact en immersion directe du réfrigérant et de la petite quantité restante de matériau non congelé entraîne une congélation rapide.

L'invention fournit donc un procédé simple et 30 industriellement réalisable de congélation contrôlée pour la préparation de particules distinctes à structure microporeuse.

En congelant un extrait de café d'une façon extrêmement rapide (de l'ordre de 1 à 10 secondes), on peut former une structure microporeuse particulière qui peut en 35 outre être encore mieux déterminée par des modifications de la durée, du réfrigérant, du matériau ou de l'épaisseur de la plaque, de la concentration de l'extrait, etc.

Cette structure, après séchage par lyophilisation,

donne un produit sec microporeux qui présente la possibilité de "fixer" divers arômes. On trouve également que le matériau congelé est étonnamment facile à lyophiliser, par rapport à d'autres extraits congelés plus lentement, en 5 raison du procédé de congélation déterminé et de la régulation de la dimension des particules.

L'extrait de départ peut être une solution aqueuse de matières solides de café soluble à 10-60 % de matières solides solubles, formée par l'une quelconque ou une 10 combinaison de diverses techniques comprenant la percolation/ extraction de cafés torréfiés et moulus, la dissolution dans l'eau de matières solides de café soluble préalablement séchées, la récupération de composants de café soluble à partir de courants de café rejetés, comme les liqueurs de 15 pressage, etc. Une évaporation peut être utilisée pour obtenir la concentration désirée avec l'une quelconque des techniques précédentes.

En général, la température de l'extrait est maintenue entre environ 2° et 30°C avant l'immersion de la 20 plaque dans l'appareil de congélation.

On peut utiliser un quelconque réfrigérant liquide à son point d'ébullition, pourvu que le point d'ébullition normal soit compris dans l'intervalle de - 195°C à - 73°C et que le café y soit relativement insoluble. On utilise de 25 préférence l'azote liquide.

Dans l'étape de prérefroidissement, la plaque qui peut être rainurée, ondulée ou nervurée et qui est fabriquée à partir d'acier, d'acier inoxydable, d'aluminium, d'argent ou de tout autre métal de conductivité élevée et ayant une 30 épaisseur de 3 à 12 mm, est immergée dans le réfrigérant pendant une période de 10 secondes à 2 minutes. La plaque est enlevée du réfrigérant et dans les 1 à 10 secondes est introduite dans l'extrait. Après immersion de la plaque dans la solution de café pendant 1 à 10 secondes, la plaque est 35 enlevée de la solution de café et réimmersionnée dans le réfrigérant dans les 2 à 10 secondes qui suivent. La plaque est maintenue dans le réfrigérant, avec la solution de café sur la plaque, pendant 10 secondes à 5 minutes. Une

épaisseur de couche d'extrait congelé de 0,25 à 5 mm s'accumule sur la plaque qui est généralement immergée à une profondeur de 2,5 à 30 cm.

L'atmosphère en contact avec la plaque et le café 5 peut être l'air ambiant, un gaz inerte, ou de l'air dont on a adapté l'humidité relative. Après la congélation de l'extrait par réimmersion, on recueille des flocons d'extrait congelé, ayant typiquement une dimension de 2,5 x 0,5 cm, on les broie et on les sèche par lyophilisation dans un 10 appareil de lyophilisation classique.

Les conditions de lyophilisation doivent cependant être soigneusement déterminées pour s'assurer qu'il y a peu ou pas de fusion des cristaux de glace pendant la déshydratation des particules d'extrait de café congelé.

15 A l'analyse, on trouve que le produit de structure microporeuse comporte des micropores dont le rayon moyen est de 10 à 100 Å, et a une surface spécifique de 1 à 25 m²/g.

Les composés aromatiques volatils associés au café, 20 qu'ils soient naturels ou synthétiques, à sorber sur le produit à structure microporeuse peuvent être obtenus de nombreuses sources bien connues de l'homme de l'art. Selon le procédé de contact à utiliser, les composés peuvent être présents sous forme d'un composant d'un gaz, d'un condensat liquide ou d'un givre condensé.

25 Les procédés de mise en contact des particules microporeuses avec les composés aromatiques volatils dans le but de sorber l'arôme dans les particules sont également nombreux et variés. L'utilisation de pressions élevées et/ou de températures faibles des particules peuvent permettre de 30 maximiser la quantité d'arôme sorbée ou de raccourcir la durée nécessaire pour obtenir un degré d'aromatisation désiré.

Le produit de café soluble à structure microporeuse préparé par le procédé de l'invention a la possibilité de sorber 80 à 90 % en poids de composés aromatiques de café 35 volatils. Ceci est en général en excès de la quantité qui est nécessaire et, selon la façon dont on utilise les matières solides de café soluble aromatisées, les particules aromatisées contiendront des composés aromatiques volatils à

raison de 0,05 à 20 milligrammes par gramme de matières solides, soit 0,2 à 0,5 % en poids.

EXEMPLE

On forme une solution de café aqueuse à 33 % en 5 dissolvant dans de l'eau des matières solides solubles de café. On place cet extrait dans un réservoir isolé où il est maintenu à 15-20°C.

On introduit de l'azote liquide dans une cuve à réfrigérant isolée où on le maintient à son point normal 10 d'ébullition de - 195°C.

On immerge une plaque de congélation métallique fabriquée en acier inoxydable dans la cuve à réfrigérant liquide jusqu'à ce qu'elle soit soigneusement refroidie, environ 30 secondes. Puis on relève la plaque et on l'abaisse 15 dans la solution de café contenue dans le réservoir à solution de café. Pendant qu'elle est immergée dans l'extrait liquide pendant 1 à 2 secondes, il se congèle à la surface de la plaque une pellicule de café. La durée de l'immersion détermine la quantité de solution qui adhérera à la plaque.

20 En général, l'épaisseur est de 0,25 à 2 mm. Ici elle est de 1,2 mm. Puis on relève la plaque et on l'enlève de la solution de café et on la remet dans le réfrigérant liquide. Pendant cette opération, une petite quantité d'extrait qui est non congelée (à la surface de la couche adhérant à la 25 plaque) est rapidement congelée par réimmersion dans le réfrigérant. En même temps (immersion dans le réfrigérant), des contractions inégales de la couche congelée ont lieu qui ont tendance à détacher le produit de la plaque, et on le recueille dans un panier maintenu dans la cuve à réfrigérant 30 liquide. Une agitation ou un grattage auxiliaires peuvent être nécessaires pour libérer tout le produit. La plaque, maintenant débarrassée de l'extrait de café, est maintenue dans le réfrigérant jusqu'à ce qu'elle soit prête pour un autre cycle.

35 Le produit congelé est enlevé du panier, broyé dans un broyeur réfrigéré comme un broyeur Fitz Mill, jusqu'à une granulométrie d'au moins 0,5 mm puis est placé dans des plateaux de lyophilisateur refroidis. Les plateaux sont

placés dans un lyophilisateur et soumis à un vide de 133 millibars et à une température de plaque de - 40° à 50°C pendant une période de 18 heures. On brise le vide dans le lyophilisateur avec du gaz carbonique sec et on enlève du 5 lyophilisateur les particules sèches ayant une teneur en humidité inférieure à environ 1,5 % et on les conserve à l'abri de l'humidité et on les broie dans un broyeur réfrigéré comme un broyeur Fitz Mill jusqu'à une granulométrie de 210 microns. On trouve que les particules sèches ont une 10 structure microporeuse avec un rayon moyen des pores de 35 à 45 Å et une surface spécifique de 5 à 8 m²/g.

Les particules sèches sont ensuite refroidies dans de la neige carbonique sous atmosphère sèche et mélangées avec un givre de gaz de broyage de café à un rapport pondéral 15 de 9 parties de givre essentiellement exemptes d'humidité pour 1,2 partie de particules. Les particules refroidies, ayant une teneur en eau inférieure à 2 % en poids, sont ensuite conditionnées dans des bocaux en verre avec des matières solides de café séchées par pulvérisation, 20 agglomérées et non enrobées, à un taux de 0,75 % en poids par rapport aux matières solides séchées par pulvérisation. Les bocaux résultants sont ensuite conservés à 21°C pendant des périodes de 8 semaines. Au moment de l'ouverture initiale et pendant un cycle d'utilisation normal de sept jours, on 25 trouve un arôme d'espace de tête plaisant qui est évalué comme étant au moins aussi bon que l'arôme d'espace de tête que possèdent des bocaux de café séché par pulvérisation, aggloméré et aromatisé, conservé d'une façon comparable, café qui a été enrobé avec de l'huile de café enrichie de gaz 30 de broyage.

Le produit de café soluble à structure microporeuse préparé par le procédé de cette invention est utilisé comme sorbant pour des composés aromatiques volatils.

Le procédé fournit un procédé simple et réalisable 35 industriellement de congélation rapide et de régulation des durées de congélation et de réduction des pertes par entraînement lors de la lyophilisation des particules congelées.

REVENDICATIONS

1. Procédé de préparation d'un produit de café lyophilisé à structure microporeuse, caractérisé en ce qu'il consiste :

5 (a) à refroidir au préalable une plaque métallique dans un réfrigérant liquide maintenu à une température de - 195° à - 73°C ;

10 (b) à immerger rapidement la plaque dans une solution ou un extrait aqueux de matières solides de café, où une fine couche d'extrait adhère et se congèle sur la plaque ;

15 (c) à réimmerger la plaque, sur laquelle adhère l'extrait de café congelé, dans ledit réfrigérant liquide ;

20 (d) à enlever l'extrait congelé de la plaque et à recueillir l'extrait congelé sous forme de flocons ;

(e) à broyer les flocons pour obtenir des particules ; et

25 (f) à lyophiliser les particules d'extrait congelé.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les micropores de produit de café lyophilisé à structure microporeuse ont un rayon moyen de 10 à 100 Å et en ce que le produit a une surface spécifique de 1 à 25 m²/g.

30 3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que le temps pour le prérefroidissement de (a) est de 10 secondes à 2 minutes ; le temps pour l'immersion dans (b) est de 1 à 10 secondes ; et le temps pour la réimmersion en (c) est de 10 secondes à 5 minutes.

35 4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que la fine couche dans l'étape (b) a une épaisseur de 0,25 à 5 mm.

5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que l'extrait aqueux en (b) est maintenu à une température de 2 à 30°C avant la congélation.

35 6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que la teneur en matières solides de l'extrait aqueux dans l'étape (b) est de 10 à 60 % en poids.