(19) DANMARK

(12) **FREMLÆGGELSESSKRIFT** (11) **151364 B**

PATENTDIREKTORATET
KØBENHAVN

P.B.

(21) Patentansøgning nr.: **5289/75**

(51) Int.Cl.[4] **A 23 F 5/22**
A 23 F 3/28

(22) Indleveringsdag: **24 nov 1975**

(41) Alm. tilgængelig: **28 maj 1976**

(44) Fremlagt: **30 nov 1987**

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: **27 nov 1974 US 527870** **18 aug 1975 US 605717**

(71) Ansøger: ***NESTEC S.A.; Av. Nestlé 55; 1800 Vevey, CH**

(72) Opfinder: **Fulvio A. *Pagliaro; US, James Gordon *Franklin; US, Rupert Josef *Gasser; CH**

(74) Fuldmægtig: **Internationalt Patent-Bureau**

(54) **Fremgangsmåde til fremstilling af dekaffeineret vegetabilsk materiale**

(56) Fremdragne publikationer

CH-patent nr. 166486

DK 151364 B

Den foreliggende opfindelse angår en fremgangsmåde til dekaffeinering af vegetabilske materialer ved hvilken man bringer dette i kontakt med et ved 0-150°C flydende, med vand ikke blandbart, organisk opløsningsmiddel i et tidsrum, der er tilstrækkeligt til at overføre kaffeinet fra det vegetabilske materiale til det organiske opløsningsmiddel, og man fraskiller det resulterende kaffeinholdige organiske opløsningsmiddel fra det dekaffeinerede vegetabilske materiale.

Der har gennem længere tid været kendt fremgangsmåder, til dekaffeinering af vegetabilske materialer, især drikkevarer såsom kaffe og the. De inden for teknikken hidtil kendte metoder til dekaffeinering involverer sædvanligvis anvendelsen af organiske opløsningsmidler såsom trichlorethylen eller chloroform, hvilke opløsningsmider kontaktes enten med det vegetabilske materiale eller med

en vandig ekstrakt deraf.

De organisk opløsningsmiddelbaserede dekaffeineringsteknikker har forskellige ulemper. Særlig ubehagelig for den endelige konsument er, at anvendelsen af de hidtil kendte dekaffeineringsopløsningsmidler ofte resulterer i væsentlige tab eller denaturering af værdifulde smags- og aromabestanddele af den fremstillede drikkevare. Således har dekaffeinering ofte resulteret i produkter, der mangler virkelig høj kvalitet. Fordi de i teknikken hidtil anvendte opløsningsmidler i sig selv ofte er skadelige, har man været ængstelig for at bringe dem i kontakt med vegetabilske materialer ud fra hvilke, der skulle fremstilles spiselige produkter. Denne ængstelse har resulteret i udviklingen af komplicerede og skærpede fremstillingsteknikker for at sikre fuldstændig opløsningsmiddeladskillelse fra slutprodukterne.

Det er desuden til dekaffeinering kendt at anvende paraffinolie i vandig emulgeret form til ekstraktion af kaffein fra kaffe. Da paraffin udvindes af jordolie, der er en kompleks blanding af carbonhydrider og andre forbindelser, skal paraffinolien renses omhyggeligt til sikring af, at alle spor af fremmedstoffer er fjernet, når en sådan olie skal anvendes indenfor næringsmiddelindustrien.

Det tilsigtes med opfindelsen at videreudvikle den i indledningen nærmere beskrevne fremgangsmåde således, at den kan gennemføres med absolut uskadelige ekstraktionsmidler.

Det tilsigtede opnås ifølge opfindelsen ved en fremgangsmåde, der er ejendommelig ved, at man som organiske opløsningsmiddel anvender et spiseligt dyrisk eller vegetabilsk fedtstof eller olie.

De ifølge opfindelsen anvendte ekstraktionsmidler giver på grund af deres oprindelsen ingen risici, hverken hos producenten eller hos forbrugeren. Der kræves ingen særlig agtpågivenhed ved adskillelsen fra det vegetabilske materiale, som dernæst skal forarbejdes til næringsmiddel.

De ifølge opfindelsen anvendte fedtstoffer og olier skal være flydende indenfor det temperaturområde, indenfor hvilket dekaffeineringen udføres. Det foretrækkes, at fedtstoffet eller olien i det væsentlige er fri for overfladeaktive midler, hvad enten sådanne er naturligt tilstede eller er tilsat. Disse materialer kan stabilisere emulsioner, der dannes ved omrøring af de flydende bestanddele under fremgangsmåden ifølge opfindelsen og kan dermed besværliggøre fremgangsmådetrin, som f.eks. adskillelse ved centrifugering.

De fede materialer er anvendelige til at udføre faktisk en hvilken som helst ønsket grad af dekaffeinering af et vegetabilsk materiale. Skønt man sædvanligvis i det væsentlige foretrækker en fuldstændig fjernelse af kaffein, kan man også opnå en mindre grad, dersom det ønskes af konsumenten. I hvert tilfælde vil en tilsvarende mængde af kaffein imidlertid blive tilgængeligt som et værdifuldt kommercielt biprodukt.

De fede materialer anvendes til at ekstrahere kaffein fra forskellige vegetabilske materialer, især fra kaffe eller the. For at dekaffeineringen imidlertid skal ske let, er det ønskeligt, at der er vand til stede. Man antager, at dette er fordelagtigt, fordi man gerne vil have kaffeinet i en første vandopløselig eller delvis vandopløselig form, således at man letter dets tilgængelighed for dekaffeineringsopløsningsmidlet i form af fedtstof eller olie.

Det kaffeinholdige vegetabilske materiale, der skal dekaffeineres ifølge den foreliggende opfindelse, foreligger bedst i enten vandig flydende eller fast form. Dersom man anvender et fast stof, bør vand stadigvæk være til stede, skønt det kan være bundet inden i det faste stof. Derfor er vandige opløsninger af vegetabilsk materiale og vegetabilske materialer, der har et væsentligt fugtighedsindhold, foretrukne kompositioner til dekaffeinering i overensstemmelse med fremgangsmåden ifølge den foreliggende opfindelse.

Vandige ekstrakter af the eller brændt malet kaffe er velkendt og kan fremstilles på måder, der er kendt inden for teknikken. Fordi disse ekstrakter selv til slut omdannes til drikkevareprodukter, bør de sædvanligvis behandles på en sådan måde, at man formindsker udsættelsen for sådanne betingelser, der kan resultere i tab og/eller nedbrydning af værdifulde smagskomponenter. En særlig klasse af komponenter i disse drikkevarer, de såkaldte flygtige eller aromatiske stoffer, er særligt følsomme med hensyn til dette.

Følgelig foretrækkes det, at fjerne disse på et tidligt tidspunkt under behandlingen og genforene dem med de mere stabile komponenter ved afslutningen eller nær afslutningen af produktionen af drikkevarerne.

Denne fjernelse og bevaring af de flygtige forbindelser eller aromatiske forbindelser af det vegetabilske materiale kan udføres ved metoder, der er velkendt inden for teknikken. Det er således sædvanligt at underkaste vandige ekstrakter stripning med damp, ved hvilken metode man let opnår et vandigt kondensat, der indeholder de aromatiske og flygtige bestanddele. Sådanne isolater opbevares ved lav temperatur, indtil de skal genforenes med bestanddelene af det behandlede vegetabilske materiale f.eks. ved blanding med disse, lige inden de skal tørres, eller ved tilsætning til selve det tørrede materiale efterfulgt af en kort anden tørresekvens. Følgelig foretrækkes, når vandige ekstrakter er dekaffeineret med fedtstof eller olie, at de vandige opløsninger af det vegeta-

bælske materiale er fri for deres flygtige bestanddele.

Et andet flydende vegetabilsk materiale, der kan dekaffeineres ved fremgangsmåden ifølge den foreliggende opfindelse, består af en vandig ekstrakt af det vegetabilske materiale, hvilken ekstrakt er blevet dannet specielt med den hensigt at dekaffeinere, og som ikke udgør nogen del af det endelige drikkevareprodukt. Denne udførelsesform af den foreliggende opfindelse er særdeles velegnet til vegetabilske materialer såsom kaffe, der normalt kræver brænding eller en anden behandling for at danne mange af de ønskede drikkevarebestanddele.

Eksempel på denne udførelsesform af den foreliggende opfindelse er en vandig ekstrakt af grønne kaffebønner. Sådanne bønner kan ekstraheres med vand, således at man fjerner deres kaffeinindhold. Den resulterende ekstrakt indeholder imidlertid forholdsvis få af de normale kaffebestanddele, især da disse vandopløselige bestanddele for størstedelen kun fremkommer ved den efterfølgende brænding af bønnerne.

At fremstille denne ekstrakt er forholdsvis simpelt. Alt hvad der kræves, er, at de grønne bønner bringes i kontakt med en vægtdel vand, der er tilstrækkelig til at opløse deres kaffeinindhold, idet bønnerne normalt indeholder ca. 2-3 vægt% kaffein afhængig af deres oprindelse. Sædvanligvis udføres frigørelsen ved modstrømsbehandling af bønner og vand. Imidlertid kan dette trin udføres blot ved at opslemme bønnerne i vand eller en lignende kontakt derimellem gennem et tidsrum på sædvanligvis 10-60 minutter, hvilken periode er tilstrækkelig til at tillade den ønskede grad af dekaffeinering.

Men selv om man ekstraherer grønne bønner med vand, kan nogle værdifulde drikkevarebestanddele også fjernes over i den vandige fase. En teknik, ved hvilken man har undgået noget væsentligt tab af de ønskede bestanddele, består i lukket cyclisk cirkulering af det vandige ekstraktionsmedium. Ifølge denne teknik opnår det vandige medium hurtigt dets maksimumindhold af forskellige vandopløselige bestanddele herunder kaffein fra de grønne bønner. Ved efterfølgende selektiv fjernelse af kaffein fra mediet opnås der et vandigt ekstraktionsmedium, der kan recirkuleres, som hurtigt nærmer sig dynamisk ligevægt med hensyn til de vandopløselige bestanddele af grønne bønner, der ikke fjernes ved dekaffeineringen af mediet.

Med en sådan dynamisk ligevægt vil det recirkulerede kaffeinfri ekstraktionsmedium ved kontakt igen med de grønne kaffebønner i det væsentlige kun fjerne kaffein herfra. Der kan således på kort tid opnås et system, hvor man i det væsentlige kun fjerner kaffein fra de grønne bønner.

Både det recirkulerende ekstraktionsmedium og den vandige ekstrakt omtalt nøjere ovenfor er i det væsentlige vandige opløsninger, der indeholder både kaf-

fein og forskellige vandopløselige vegetabilske materialebestanddele. Følgelig kan den omhandlede teknik til behandling af flydende vegetabilske materialer med fedtstof eller olie for at fjerne kaffein herfra anvendes på hver på meget nær den samme måde. Således blandes et flydende vegetabilsk materiale med et passende funfang af en/et flydende vandublandbar(t) fedtstof eller olie, holdes i blanding hermed indtil kaffeinen er gået over i fedtstoffet eller olien, og adskilles herefter, hvilket medfører en tilsvarende nedgang i kaffeinindholdet heraf. Disse trin kan udføres ganske simpelt, på grund af den kendsgerning, at begge faser er flydende, hvilket tillader let og grundig blanding under omrøring, medens ublandbarheden af de to faser - vandig og fed - tillader i det væsentlige fuldstændig adskillelse ved mange velkendte metoder, omfattende bl.a. dekantering.

Af stor vigtighed for dekaffeineringens effektivitet er kaffeinets opløselighedsdata i fedtstof eller olie. Disse egenskaber er afhængige af det specielle valgte materiale og af temperaturen under blandingen med det flydende vegetabilske materiale. Denne virkning kan udtrykkes i form af distributionskoefficienten for kaffein mellem lige rumfang af fed og vandig fase under blanding og i ligevægt. Specielt defineres affiniteten af det fede materiale for kaffein ved forholdet

$$\text{fordelingskoefficient} = \frac{\text{kaffeinkoncentration i fed fase}}{\text{kaffeinkoncentration i vandig fase}}$$

for en vilkårlig given temperatur. Heraf fremgår det, at en større distributionskoefficient afslører en større evne til at udvirke dekaffeinering.

I den nedenfor stående tabel 1 gives eksempler på data for forskellige fedtstoffer og olier ved forskellige temperaturer. De opgivne data afspejler ligevægten opnået ved enkelt blanding af rumfang af fedtstof eller olie og vandige kaffeinopløsninger. Som det fremgår, er de her anvendte fedtstoffer og olier blot udvalgte kommercielle produkter. Man kan derfor forvente, afhængig af de specielle oplysninger om et givet materiale, nogen variation i fordelingskoefficienten. Med disse data og den yderligere beskrivelse, som forekommer senere, kan let bestemmes karakteristika og optimumbetingelser for anvendelsen af andre fedtstoffer og olier inden for den foreliggende opfindelses rammer.

Tabel 1

Opløselighedsdata for fede materialer.

Fedt materiale	Temperatur °C	Kaffeinfordelingskoefficient for lige rumfang vandig og fed fase
Saflorolie	20	0,064
	10	0,067
Soyabønneolie	20	0,064
	10	0,059
Majsolie	20	0,064
	15	0,064
	10	0,071
	5	0,085
Jordnøddeolie	10	0,067
Kaffeolie	23	0,140
Triolein (oleinsyreester af glycerol)	23	0,085
Olivenolie	23	0,076
Fedt	65	0,197

Varigheden af kontakten mellem fed og vegetabilsk fase er forholdsvis uden betydning. Der kræves kun få minutter for at nærme sig ligevægtsgraden. Den optimale temperatur til dekaffeinering med et specielt fedtstof eller en speciel olie inden for den foreliggende opfindelses rammer bør imidlertid bestemmes førend anvendelsen. Der er angivet eksempelvise data i tabel 1, men man kan foretage yderligere bestemmelser ved velkendte teknikker, og således kan denne del af den foreliggende opfindelse konstateres ved simpel eksperimentering efter udvælgelse af det specielle fedtstof eller olie, der skal anvendes.

Når man bestemmer temperaturen, sætter det specielle materiale, der skal anvendes, grænser, for hvor store variationer man kan have. Således udgør frysepunktet af det vandige vegetabilske materiale og størkningspunktet for det fede materiale den nedre grænse for anvendelige temperaturer. I den anden ende af skalaen bør nedbrydning af smag, der kan ske ved udsættelse af smags- eller aromadelene for højere temperaturer, undgås. Normalt kan imidlertid dekaffeineringen udføres inden for området 0-50°C, idet fra 10° til 30°C er foretrukkent for vandige ekstrakter. Når disse bestanddele ikke er til stede i væsentlig grad, er endnu højere temperaturer, indtil nedbrydningspunktet for det specielle vegetabilske

materiale, anvendelige. Når man har fastlagt en(t) speciel(t) fedtstof eller olie og temperaturen til dekaffeineringstrinet, mangler man at fastlægge den ønskede grad af dekaffeinering. Denne er sædvanligvis i det mindste delvis bestemt af forholdet mellem vegetabilsk materiale og fedtstof eller olie. Normalt vil et forhold af fedtstof eller olie til vandigt vegetabilsk materiale på ca. 2+:1 kun give delvis dekaffeinering i løbet af en enkelt kontakt. Således giver ved dette forhold fordelingskoefficienter på 0,035 og 0,085 henholdsvis ca. 40% og 65% dekaffeinering. En forøgelse af forholdet fedtstof eller olie til vegetabilsk materiale vil naturligvis forøge denne grad af dekaffeinering, ligesom lavere forhold vil formindske den.

Herudover påvirker imidlertid måderne, hvorpå kontakten med fedtstof eller olie udføres, graden af dekaffeinering. Dekaffeinering kan ske som tidligere beskrevet ved en en-trinsdekaffeineringssekvens, der omfatter, at man bringer en speciel vægtdel fedtstof eller olie i kontakt med en speciel vægtdel vandig ekstrakt, at man holder sådanne materialer i kontakt med hinanden gennem et tidsrum, der er tilstrækkeligt til at nærme sig eller nå kaffeinets fordelingsligevægt, og at man herefter fraskiller ekstrakten. Effektiviteten af dekaffeineringen kan imidlertid forøges ved at forøge antallet af behandlingstrin. Følgelig udføres i den foretrukne udførelsesform for den foreliggende opfindelse dekaffeineringen i en flertrinssekvens, hvori det vegetabilske materiale bringes i kontakt med efterfølgende portioner af fedtstof eller olie, indtil den ønskede grad af dekaffeinering er opnået.

Denne foretrukne udførelsesform for opfindelsen kan simpelt udføres ved efter hinanden at bringe den kaffeinholdige komposition i kontakt med portioner af et udvalgt fedtstof eller olie, ved at opretholde kontakten mellem den fede og den vandige fase gennem et tidsrum, der er tilstrækkeligt til i det væsentlige at udvirke overførsel af kaffein til fedtstoffet eller olien (en sådan overførelse er sædvanligvis af en størrelse på mere end ca. 70% af ligevægtsfordelingen heri), ved at adskille den vandige og fede fase, og ved herefter at gentage rækken af behandlingstrin med yderligere portioner af kaffeinfrit fedtstof eller olie.

En anden foretrukken udførelsesform består i modstrømsdekaffeinering. Ved denne metode ledes en(t) oprindeligt kaffeinfri(t) fedtstof eller olie gennem på hinanden følgende rumfang af vegetabilsk materiale, der er ordnet i modsat orden af kaffeinindholdet. Således kontakter det(n) nye fedtstof eller

olie først de mest dekaffeinerede runfang af vegetabilsk materiale, og herefter de, der har højere kaffeinindhold. Ved denne udførelsesform for fremgangsmåden springes det første rumfang af vegetabilsk materiale simpelt hen over, når det når den ønskede grad af dekaffeinering. Herefter anbringes et nyt rumfang med det højeste kaffeinindhold nedenstrøms herfor, således at der opretholdes et konstant antal rumfang i strømmen samt en korrekt grad af kontakt med fedtstof eller olie.

Det skal yderligere bemærkes, at vandige opløsninger eller ekstrakter af vegetabilsk materiale f.eks. kan indeholde fra 2-60% af den totale vægt af opløselige faste stoffer. Sædvanligvis foretrækkes det imidlertid, at de opløsninger, der skal dekaffeineres,har en koncentration af opløselige faste stoffer fra 10-50%, førend de bringes i kontakt med fedtstoffet eller olien, der virker som opløsningsmiddel for kaffein. Man foretrækker sådanne koncentrationer for at formindske de efterfølgende rumfang af væsker, der eventuelt skal anvendes i dekaffeineringssekvensen, samt også i den hensigt at reducere mængden af vand, der til slut skal fjernes fra brygget eller ekstrakten, som skal tørres for at blive i fast form.

Koncentrering kan opnås ved fremgangsmåder, der er velkendt inden for teknikken. Fordi den vandige ekstrakt til slut udgør det tørrede drikkevareprodukt, er det igen ønskeligt, at man opnår en sådan koncentrering under betingelser, der formindsker muligheden af uheldig virkning på smagen. Derfor foretrækkes det, at anvende sådanne metoder såsom lavtryksfordampning eller frysekoncentrering, således at man undgår at udsætte brygget for højere temperaturer i noget væsentligt tidsrum.

Den foreliggende opfindelse omfatter også anvendelse af et fedt materiale til direkte dekaffeinering af faste vegetabilske materialer. Eksempler på sådanne faste stoffer er grønne kaffebønner, der kan foreligge i formalet, knust og foretrukket i hel form. Brændte kaffebønner kan også anvendes. Imidlertid bør flygtige stoffer først fjernes for at undgå unødigt tab af værdifulde bestanddele af drikkevaren. Derfor foretrækkes dekaffeinering af hele grønne bønner mest, og den efterfølgende beskrivelse af denne udførelsesform er især med henblik herpå, skønt andre vegetabilske materialer også kan behandles på lignende måde.

Anvendelsen af faste vegetabilske materialer er en særlig foretrukken udførelsesform af den foreliggende opfindelse af den grund, at den forebygger visse ulemper ved at skulle behandle vandige opløsninger af vegetabilske materialer.

Adskillelsen af fedtstof eller olie fra den kaffeinholdige komposition lettes således ved den kendsgerning, at medens feststof og olie forbliver væskeformigt, er det vegetabilske materiale i fast form. Adskillelsen af bønnerne og fedtstof og olie kan bekvemt udføres ved simpel drainage af bønnerne og, dersom der anvendes centrifugering for at lette denne adskillelse, er forholdsvis simpelt maskineri tilstrækkeligt.

Ved adskillelsen af grønne kaffebønner fra et(n) flydende fedtstof eller olie kan adskillelsesgraden være i det væsentlige 100%. Derimod kan selv de mest forfinede adskillelsesmetoder med ublandbar væske resultere i nogen tilbageholdelse af den ene af væskerne i den anden, men et sådant problem ses ikke ved den foreliggende metode. Når først det meste af fedtstoffet og olien er blevet adskilt fra bønnerne, tillader et andet fysisk rensningstrin f.eks. at lede en dampstrøm gennem bønnerne i det væsentlige 100% adskillelse af det(n) tilbageholdte fedtstof eller olie. Yderligere kan selv dette ekstra trin gøres overflødigt. Da bønnerne brændes og ekstraheres efter dekaffeinering, hvor et(n) næsten smagløst fedtstof eller olie anvendes, fås der kun ringe om nogen virkning overhovedet på smagen af drikkevaren, der udgør slutproduktet, også selv om adskillelsen ikke er fuldstændig.

For at være i en sådan tilstand, at man let kan fjerne kaffein, bør de grønne bønner indeholde nogen fugtighed. Bønnerne indeholder naturligt fra 8-10% fugtighed, skønt større mængder på indtil 20% af den totale vægt foretrækkes. Den øvre grænse for fugtighedsindholdet er mere variabel. Dekaffeineringen af en kaffeinholdig komposition bestående af grønne bønner udføres fortrinsvis uden tilstedeværelse af frit vand som sådan for at undgå adskillelsesproblemer på grund af blanding af væskerne og for at undgå muligt tab af værdifulde vegetabilske materialebestanddele, der er opløselige i dette vand. Følgelig foretrækkes det i denne udførelsesform af den foreliggende opfindelse, at de grønne bønner indeholder mellem ca. 20 og 60%, fortrinsvis mellem 40 og 60%, vand af den totale vægt.

Man kan let inkorporere vand i grønne bønner. Således kan man f.eks. blot dyppe bønnerne i vand og holde dem der i adskillige timer, indtil de har absorberet den ønskede mængde fugtighed. Herefter kan de let fraskilles fra det overskydende vand f.eks. ved centrifugering. Ved anvendelse af varme og/eller tryk kan denne indarbejdelse eller "kvældning" af bønnerne let accelereres. Dersom bønnerne f.eks. er neddyppet i vand ved en temperatur på ca. 80-90°C, opnår de det ønskede fugtighedsindhold betydeligt hurtigere. Dersom de udsættes for damp ved ca. 2 atmosfære er endog mindre tid, normalt ca. 1-30 minutter, tilstrækkeligt til at opnå det ønskede fugtighedsindhold.

Når bønnerne er kvældet til et passende fugtighedsindhold, anbringes de i et bad eller en strøm af fedtstof eller olie, indtil man har opnået den ønskede grad af dekaffeinering. Her bliver blandingstiden af betydning; overførsel af kaffein fra bønnerne er meget langsommere end fra en fortyndet opløsning. Følgelig er det ønskeligt, at man til dette behandlingstrin har en periode på mindst 30 minutter med længere tid til mere fuldstændig dekaffeinering.

Ved fremgangsmåder, der fører til høj dekaffeineringsgrad, er det også vigtigt at sikre, at fugtighedsgraden af de kvældede bønner ikke i det væsentlige bliver mindre under behandlingen. Kontakten mellem de kvældede bønner og fedtstof eller olie kan resultere i lavere fugtighedsindhold på grund af vandtab fra bønnerne over i fedtstof eller olie. Dersom denne nedgang bringer bønnerne på et fugtighedsindhold, der er lavere end det foretrukne område 40-60%, sker der en tilsvarende nedgang i virkningsgraden af dekaffeineringen.

Det foretrækkes derfor, at fedtstoffet eller olien, der anvendes til dekaffeinering, indeholder en ringe mængde vand. Ved denne foretrukne udførelsesform af opfindelsen anvendes sædvanligvis 0,9 til 1,2%, fortrinsvis ca. 1%, vånd baseret på vægten af fedtstof eller olie. Denne mængde bevirker, at der opretholdes en ligevægt mellem vandet, der er til stede i bønnerne, og fedtstoffet eller olien, således at der under kontakten ikke er nogen nettovandring af vand fra bønnerne til den fede fase, eller omvendt. På den anden side forhindrer det for stor fjernelse af vand fra bønnerne, og samtidig formindskes den totale mængde af vand, der er til stede under dekaffeineringen, hvorved man undgår for store tab af vandopløselige bønnebestanddele, der ikke er kaffein.

Anvendelsen af flertrinskontakt i modsætning til enkelttrinskontakt af fedtstoffet eller olien med det vegetabilske materiale kan udføres på den tidligere beskrevne måde. Således udgør medstrømsekstraktion og fortrinsvis modstrømskestraktion med fedtstof eller olie foretrukne udførelsesformer af den foreliggende opfindelse.

En måde, hvorpå dekaffeineringen af de kvældede grønne bønner adskiller sig væsentligt fra dekaffeinering af vandige kaffeinholdige opløsninger, er i temperaturens virkning på virkningsgraden af dekaffeineringen. Som tidligere nævnt, i de tilfælde, hvor dekaffeineringen omfatter kontakt af fedtstof eller olie med en vandig kaffeinholdig opløsning, har forskelle i temperaturen under kontakten ikke nogen stor virkning på virkningsgraden af dekaffeineringen. Ved

behandling af faste bønner kan forøgelse af den forhåndenværende temperatur til dekaffeinering på dramatisk vis forøge hastigheden af kaffeinfjernelse.

Følgelig udføres dekaffeinering af bønner fortrinsvis ved en så høj temperatur, som det praktisk er muligt for at opnå maksimum effektivitet ved kaffeinfjernelsen. Nedbrydning af fedtstof eller olie sker sædvanligvis ved eller omkring en temperatur på ca. 150°C, og denne temperatur udgør derfor sædvanligvis en praktisk maximumsgrænse for dekaffeinering. Yderligere kan forlænget kontaktperiode med meget høje temperaturer foranledige nogen nedbrydning af smagsbestanddele. Følgelig foretrækkes det, at dekaffeineringen af grønne bønner sker inden for et temperaturområde fra ca. 50-120°C.

Et yderligere aspekt af den foreliggende opfindelse involverer regenerering af kaffeinholdigt fedtstof eller olie, således at man kan genanvende dette ved dekaffeineringsprocessen. Dette udføres bedst ved at bringe det(n) fraskilte kaffeinholdige fedtstof eller olie i kontakt med vand, ved at tillade overførsel af kaffein til den vandige fase, og ved derefter at fraskille fedtstoffet eller olien, således at det kan recirkuleres til anvendelse ved yderligere dekaffeinering. For en stor del er regenerationssekvensen det omvendte af de trin, der allerede er beskrevet med hensyn til dekaffeinering. Yderligere tillader det imidlertid let isolering af kaffeinet fra den vandige fase, der anvendes til regenerering.

Ved regenerering af fedtstoffet eller olien styres effektiviteten af kaffeinfjernelse over i den vandige fase igen af de samme parametre nemlig temperatur, kaffeinfordelingskoefficienten af det(n) specielle fedtstof eller olie, og vægtforholdene mellem fedtstof eller olie og vand, således som omtalt ovenfor med hensyn til adskillelsen af kaffein fra en vandig opløsning af vegetabilsk materiale. Da smagsnedbrydning ikke er noget alvorligt problem under regenerering, fordi bestanddelene af slutproduktet ikke er til stede, kan man forhøje temperaturen under regenereringen for at forbedre effektiviteten af kaffeinoverførsel til den vandige fase. Når således opløseligheden af kaffein i vand ved stigende temperatur forøges hurtigere end i fedtstoffet eller olien, er det fordelagtigt at udføre regenereringen ved en temperatur indtil 100°C (og endog højere temperaturer, dersom man anvender tryk for at undgå fordampning). Hvis på den anden side lavere temperaturer forøger denne overførsel, så skal de anvendes.

Også fordi man her ønsker at overføre kaffein fra fedtstoffet eller olien til en vandig fase, tillader den forholdsvis større opløselighed af kaffein i vand anvendelsen af lave forhold af fed fase til vandig fase selv

til overførsler, der i det væsentlige er fuldstændige. Når det yderligere ønskes at formindske mængderne af anvendt vand ved regenereringen af fedtstof eller olie, kan man anvende en flertrinsregenereringssekvens, der består af medstrøms- eller modstrømsekstraktion af fedtstof eller olie med vand på samme måde, som allerede beskrevet ovenfor, således at man letter den fuldstændige regenerering af fedtstoffet eller olien.

Samtidig med regenerering af det fede materiale ved fjernelse af kaffein med vand er det blevet fundet, at fraskilt fedtstof eller olie kan indeholde ca. 1 vægt% vand, selv når man har adskilt de ublandbare væsker ved normalt så virkningsfulde metoder som adskillelse ved centrifugering. Dette vand fjernes fortrinsvis fra fedtstoffet eller olien, førend man bringer det i kontakt med det vegetabilske materiale, således at man undgår fortynding af flydende vegetabilsk materiale. Fjernelse af det vand, der er indeholdt i fedtstoffet eller olien, kan udføres ved sådanne metoder som flash-destillering under vakuum eller lignende kendte metoder.

Som tidligere omtalt anvender visse foretrukne udførelsesformer af den foreliggende opfindelse til dekaffeinering af fast vegetabilsk materiale et(n) fedtstof eller olie, der indeholder en ringe mængde vand. Ved den praktiske udførelse af disse udførelsesformer bliver fortyndingsfaktoren negligerbar. Derfor kan det regenererede fedtstof eller olie, der indeholder indesluttet vand, anvendes direkte til yderligere dekaffeinering. Alternativt kan dets vandindhold justeres f.eks. ved tilsætning af vand eller ved delvis stripning, dersom det er nødvendigt at bringe det til optimumvandindhold.

Selv når tilstedeværelsen af vand i fedtstoffet eller olien er ønsket, foretrækkes det imidlertid at fjerne det indeholdte vand, og derefter tilsætte den ønskede mængde vand til det(n) tørre fedtstof eller olie. Denne sekvens af trin sikrer opmimalt vandindhold og undgår vanskeligheder og/eller afbrydelser, der kræves for at styre det indesluttede vandindhold af det(n) regenererede fedtstof eller olie, og derefter justere det, som det ønskes.

De følgende eksempler belyser den foreliggende opfindelse nærmere. Med mindre andet er angivet, er procenterne på vægtbasis.

Eksempel 1

En vandig ekstrakt af brændte formalede kaffebønner strippes med damp for at fjerne flygtige stoffer. 10 kg af den strippede ekstrakt med et indhold af opløselige faste stoffer på 19% og en temperatur på 22°C sættes herefter til 179 kg majsolie ved 60°C. Den resulterende blanding omrøres i 30 minutter, og ledes herefter gennem en centrifugeseparator med en hastighed på 3,16 kg pr. minut. Brygget, som adskilles fra olien i centrifugen, har en dekaffeineringsgrad på 51%.

Ved at gentage behandlingen af brygget med yderligere majsolie forøges graden af dekaffeinering efterhånden, indtil man i det væsentlige opnår fuldstændig fjernelse af kaffeinet.

Eksempel 2

En theekstrakt, der har et indhold af opløselige faste stoffer på 27,6% og en temperatur på 22°C, blandes med majsolie i et volumenforhold på 1:20, og holdes under omrøring i 10 minutter. Blandingen underkastes herefter adskillelse ved centrifugering, hvorved man opnår en theekstrakt, der har 63% dekaffeinering. Yderligere behandling tillader opnåelse af større grad af dekaffeinering, dersom det ønskes.

Eksempel 3

Man dekaffeinerer grønne kaffebønner, idet man anvender et recirkulerende vandigt medium, der har nået en ligevægtskoncentration af opløselige faste stoffer på 29%, og som har en temperatur på 22°C. Dekaffeineringen udføres ved at lede det vandige medium i modstrøm gennem en søjle af grønne bønner, idet i det væsentlige kaffeinfri bønner fjernes fra søjlen i den ene ende og naturlige grønne bønner tilsættes ved den anden ende. Inden for det cirkulerende vandige system på et sted væk fra søjlen ledes det vandige medium gennem en centrifugeekstraktor, hvortil der er sat kaffeolie ved 50°C i forholdet 21:1 i forhold til det vandige medium for at fjerne kaffein fra den vandige ekstrakt. Man anvender varmeveksler i systemet, for at opretholde temperaturerne af de to væsker, i det væsentlige således som angivet ovenfor.

Ved en enkelt gennemledning af mediet og olien gennem centrifuge fjernes mere end 1/3 af kaffeinet i mediet. Endnu en gennemledning af medfet og en yderligere lige mængde olie forøger dekaffeineringen af mediet til over 60%. Efter brænding, formaling og ekstrahering af enkeltprøver af dekaffeinerede bønner, der er opnået efter en enkelt og to gennemledninger, fandtes det, at begge prøver af de vandige ekstrakter i det væsentlige var kaffeinfri.

Eksempel 4

Grønne kaffebønner underkastes dampbehandling ved 110°C, indtil de når et fugtighedsindhold på 45% af den totale vægt. Herefter anbringes 10 kg's prøver i adskilte ekstraktionskamre. Hver af prøverne dekaffeineres i 4 timer ved 95°C med majsolie, der ledes gennem kamrene med en hastighed på 1,1 kg/minut.

I et forsøg "A" ledes olie kun gennem ét kammer. Derefter regenereres den ved ekstraktion med vand for at fjerne kaffeinindholdet, vandet fjernes, og olien recirkuleres herefter for at opretholde en kontinuerlig strøm af kaffeinfri majsolie til kvældede bønner i kammeret.

I et andet forsøg "B" er fire kamre forbundet i serier, således at majsolien ledes gennem hvert. Regenerering og recirkulering af olien sker kun, efter at den har passeret gennem alle fire kamre. Et kammer, det første, der bringes i kontakt med olie, fjernes hver time, og et nyt kammer tilføjes ved nedstrømsenden. Efter en begyndelsesperiode på 6 timer opnås på denne måde et system, hvor alle fire kamre indeholder bønner med varierende kaffeinindhold. Dette skyldes, at de har været underkastet forskellig varighed af medstrømsoliedekaffeinering.

Kaffeinindholdet i bønnerne fra forsøg "A" og fra et kammer, som var gået gennem alle fire trin i forsøg "B" efter begyndelsesperioden, analyseres. På trods af den kendsgerning, at hver af bønneportionerne var blevet dekaffeineret under i det væsentlige de samme fysiske betingelser, var deres respektive grader af dekaffeinering udpræget forskellige. Således medens bønnerne fra forsøg "A" udviste 52% dekaffeinering, udviste de fra forsøg "B" 92% dekaffeinering. Det er derfor klart, at flertrinsekstraktion i det væsentlige forøger virkningsgraden af dekaffeinering.

Eksempel 5

En vandig ekstrakt af brændte formalede kaffebønner strippes med damp for at fjerne flygtige stoffer. 200 g af det strippede bryg havde en koncentration af opløselige faste stoffer på 18,4%. Hertil blandedes 2 kg safflorolie og omrørtes i 30 minutter ved 20°C. Denne blanding centrifugeredes for at bryde emulsionen, og brygget adskiltes ved dekantering. Det fraskilte bryg udviste en dekaffeineringsgrad på 56%.

Eksempel 6

Fremgangsmåden for eksempel 5 gentages med den forandring, at 2 kg soyabønneolie anvendes i stedet for safflorolien. Efter adskillelse udviste brygget en dekaffeineringsgrad på 56%.

Eksempel 7

Fremgangsmåden fra eksempel 5 gentoges, idet man erstattede safflorolien med 2 kg jordnøddeolie. Yderligere blev brygget og olien holdt ved 10°C i stedet for ved 20°C gennem hele processen. Det adskilte bryg udviste en grad af dekaffeinering på 56%.

Eksempel 8

Grønne kaffebønner dekaffeineres med kaffeolie i en firekammer-modstrømsekstraktionszone på den måde, der er beskrevet for forsøg "B" fra eksempel 4. Hvert kammer, eller celle, indeholdt 6,8 kg bønner beregnet på tørvægt. Olien holdtes ved 105°C, og ekstraktionen udførtes over en total ekstraktionsperiode på 6 timer (1,5 timer for hver cyclus). Man anvender et totalt olie-til-bønnevægtforhold på 120:1.

Efter hver passage af den recirkulerende olie gennem alle fire kamre i ekstraktionszonen, regenereres olien ved vandig ekstraktion af kaffeinet, og herefter stripper man for at fjerne dens vandindhold. En forudbestemt mængde af vand tilblandes olien, førend den recirkuleres.

Idet man anvender den ovenfor omtalte fremgangsmåde, laves 5 forskellige forsøg. Disse forsøg er i det væsentlige forskellige i den forskellige mængde vand, der tilsættes til det strippede kaffeinfri fede materiale. Data for de stationære behandlingsbetingelser for hvert forsøg er som følger:

Forsøg	Vandindhold af bønnedel	Vandindhold opretholdt i olie	% dekaffeinering	Tab af ikke-kaffein faste stoffer	Type af kaffebønner
1	54%	0,37	87%	2,5%	"Milds" (1,33% kaffein)
2	55%	1,00	97%	1,1%	"
3	55%	1,00	97%	1,1%	"
4	55%	0,75	69%	2,4%	"Robusta" (2,15% kaffein)
5	57%	1,20	97%	5,2%	"

Disse data angiver, at passende fugtighedsindhold tillader optimum dekaffeinering med minimum tab af ikke-kaffeinbønnebestanddele. Virkningsgraden af dekaffeineringen stiger, når koncentrationen af vand til stede i det fede materiale under dekaffeineringen stiger. Det ses også, at skønt virkningsgraden af dekaffeineringen forbliver høj ved højere vandige indhold af fedtstof eller olie resulterer et højt niveau af vand i systemet i forøgede tab af ikke-kaffein opløselige stoffer fra bønnerne.

PATENTKRAV

1. Fremgangsmåde til fremstilling af dekaffeineret vegetabilsk materiale, ved hvilken man bringer dette i kontakt med et ved 0-150°C flydende, med vand ikke blandbart, organisk opløsningsmiddel i et tidsrum, der er tilstrækkeligt til at overføre kaffeinet fra det vegetabilske materiale til det organiske opløsningsmiddel, og man fraskiller det resulterende kaffeinholdige organiske opløsningsmiddel fra det dekaffeinerede vegetabilske materiale, k e n d e t e g n e t ved, at man som organisk opløsningsmiddel anvender en(et) spiselig(t) dyrisk eller vegetabilsk olie eller fedtstof.

2. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at det vegetabilske materiale består af en vandig ekstrakt af enten the eller brændt formalet kaffe.

3. Fremgangsmåde ifølge krav 2, k e n d e t e g n e t ved, at man, inden man bringer den vandige ekstrakt i kontakt med fedtstoffet eller olien, fraskiller flygtige stoffer fra ekstrakten.

4. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at det vegetabilske materiale består af en vandig ekstrakt af grønne kaffebønner.

5. Fremgangsmåde ifølge krav 4, k e n d e t e g n e t ved, at den dekaffeinerede vandige ekstrakt af grønne kaffebønner efter kontakt med olien eller fedtstoffet recirkuleres for yderligere at bringes i kontakt med grønne kaffebønner.

6. Fremgangsmåde ifølge et vilkårligt af kravene 2-5, k e n d e t e g n e t ved, at den vandige ekstrakt har en koncentration af opløselige faste stoffer på 2-60% af den totale vægt.

7. Fremgangsmåde ifølge krav 6, k e n d e t e g n e t ved, at den vandige ekstrakt har en koncentration af opløselige faste stoffer på 10-50 vægt%.

8. Fremgangsmåde ifølge et vilkårligt af kravene 2-7, k e n d e t e g n e t ved, at den vandige ekstrakt og olien eller fedtstoffet bringes i kontakt med hinanden ved en temperatur på mellem 0°C og 50°C og at denne temperatur opretholdes.

9. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at det vegetabilske materiale består af grønne eller brændte kaffebønner.

10. Fremgangsmåde ifølge krav 9, k e n d e t e g n e t ved, at flygtige stoffer skilles fra de brændte kaffebønner inden dekaffeineringen.

11. Fremgangsmåde ifølge krav 9 eller 10, k e n d e t e g n e t ved, at man, førend man bringer bønnerne i kontakt med olien eller fedtstoffet,

kvælder bønnerne med vand til et totalt fugtighedsindhold på fra 20-60 vægt%.

12. Fremgangsmåde ifølge et vilkårligt af kravene 9-11, k e n d e - t e g n e t ved, at man bringer bønnerne og olien eller fedtstoffet i kontakt med hinanden ved en temperatur på mellem 30 og 150°C og dernæst opretholder denne temperatur.

13. Fremgangsmåde ifølge et vilkårligt af kravene 9-12, k e n d e - t e g n e t ved, at olien eller fedtstoffet, der anvendes til at bringes i kontakt med bønnerne, har et fugtighedsindhold, der i det væsentlige er i ligevægt med bønnernes fugtighedsindhold.

14. Fremgangsmåde ifølge et vilkårligt af de foregående krav, k e n - d e t e g n e t ved, at den(t) fraskilte kaffeinholdige olie eller fedtstof bringes i kontakt med vand for at overføre i det væsentlige alt kaffeinet, der findes heri, til den vandige opløsning, at den kaffeinholdige vandige opløsning skilles fra olien eller fedtstoffet, og at den(t) kaffeinfri olie eller fedtstof recirkuleres for atter at bringes i kontakt med kaffeinholdigt vegetabilsk materiale.

15. Fremgangsmåde ifølge krav 14, k e n d e t e g n e t ved, at man, førend man recirkulerer den(t) kaffeinfri olie eller fedtstof, indstiller fugtighedsindholdet af olien eller fedtstoffet til et niveau, der i det væsentlige er i ligevægt med fugtighedsindholdet af det kaffeinholdige vegetabilske materiale.

16. Fremgangsmåde ifølge et vilkårligt af de foregående krav, k e n - d e t e g n e t ved, at olien eller fedtstoffet er saflorolie, soyabønneolie, majsolie, jordnøddeolie, kaffeolie, triolein eller svinefedt.