

[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl⁶

A23F 5 / 50

A23F 5 / 28



[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 88108396.8

[45]授权公告日 1997 年 6 月 18 日

[11] 授权公告号 CN 1035152C

[22]申请日 88.12.3 [24]颁证日 97.3.27

[21]申请号 88108396.8

[30] 优先权

[32]88.2.2 [33]US[31]151354

[73]专利权人 通用食品公司

地址 美国纽约州

[72]发明人 加里·V·琼斯

斯图尔特·A·斯坦

戴维·卡加诺夫

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 谭明胜

[56]参考文献

EPA227263

US4379172

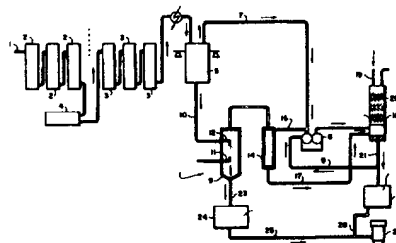
审查员 郑慧芬

权利要求书 1 页 说明书 10 页 附图页数 2 页

[54]发明名称 可溶咖啡的制备方法

[57]摘要

本发明涉及在加工经焙炒和磨碎咖啡的咖啡水提取液中得到所期望的风味和香味挥发物。改进喷雾干燥浓缩的水提取液制备可溶咖啡全过程的方法是采用汽提器除去高达 20% 的提取液，接着浓缩，使用装有 4—48 块塔板的吸收塔，用冷水回收未冷凝的香味物质和已冷凝香味物质，液气比 (L/V) 为 0.1/1 至 30/1，然后，把吸收后香味物质再引入浓咖啡提取液，将其喷雾干燥，得到芳香可溶的干咖啡。



权 利 要 求 书

1.一种制备芳香化可溶咖啡的方法，该方法包括：

a)获得咖啡提取液，其具有气相色谱最小计数为 $2500 \mu\text{g/g}$ 可溶咖啡固形物；

b)从新焙炒和磨碎的咖啡中排出所述提取液；

c)将来自从所述提取液的“易挥发”香味物质收集在用冷水封的真空泵中，使之冷凝并将香味物质收集在密封水中；

d)用蒸汽汽提步骤 b)的提取液，用冷凝器收集高达 20% 的可冷凝香味物质，在步骤 c)的真空泵中收集未冷凝的香味物质；

e)在负压条件下，把步骤(d)汽提过的提取液蒸发至固形物含量至少为 40%；

f)将步骤 c)的水封中的香味物质和步骤 d)的冷凝香味物质引入具有 4 至 48 块塔板的吸收塔，在 10°C 下，香味物质与冷水以液气比为 0.1/1 至 30/1 进行接触；

g)将步骤 f) 吸收的香味物质与步骤 e)的浓提取液合并；以及

h)将浓缩物喷雾干燥成干燥的芳香可溶咖啡。

2.根据权利要求 1 的方法，其中，用至少含 30%阿拉伯咖啡的焙炒和磨碎咖啡制备步骤 a)的提取液。

说明书

可溶咖啡的制备方法

本发明涉及藉喷雾干燥浓缩的咖啡水提取液制备芳香可溶咖啡的方法。该提取液具有经咖啡制备方法处理得到的易挥发芳香物质。

在美国专利 3345182 号中，由 Huste 等人所做工作表明，通过喷雾干燥，在咖啡水提取液中固形物浓度较高，改进了挥发性物质的保留。然而，采用高效浸出汁液的咖啡渗滤器进行操作更为经济，其提取液中可溶物较多，但是固形物浓度较低。因此，需要一种浓缩这种稀提取液的更有效方法。但是，收集和保持通常会在加工过程中损失的挥发性咖啡风味和香味化合物也很重要。

本发明可用以代替 Hawes 等人公开于美国专利 4474820 号的方法。按照该专利所述方法，在吸收塔中，用冷咖啡提取液吸收高挥发性咖啡风味和香味化合物，然后，再将提取液加回到浓缩物中，接着喷雾干燥。

1983 年 4 月 5 日授予 Liu 的美国专利 4379172 号介绍了蒸汽汽提收集低温条件下的香味物质和浓缩咖啡提取液。

美国专利 3248233 号介绍了使用真空泵俘获香气。

本发明涉及利用吸收塔俘获和保留在加工和浓缩稀咖啡提取液中得到的挥发性咖啡风味和香味化合物，该方法通过使用吸收塔将香味化合物吸收到冷水中，装有结构填料的本吸收塔能提供 8 至 24 级分离。此外，用于吸收塔的液气比可维持在 0.1/1 至 30/1，优选为 8/1 至 16/1，以 10/1 至 14/1 的水气比为最佳。在进行喷雾干燥前，作为一个处理步骤，用吸收塔可回收和转移所需咖啡风味和香味化合物到

浓缩物中，该浓缩物是将提取液从含固形物 20%以下浓缩至 40%，优选浓缩至 50%或更高而得到的。然后，把这些风味和香味挥发物合并到浓咖啡提取液中，并且用高粘度喷雾干燥浓提取液作进一步加工，使之固定于干咖啡固体中。从两个部分回收得到香味物质，即从渗滤柱排放至计量槽的提取液在湿润(排出气体)时，由渗滤柱回收香味物质，以及从即将进行提取液浓缩之前所使用的汽提柱中回收香味物质。挥发性香味物最好包含由渗滤和汽提提取液而得到的非冷凝性风味和香味化合物。

本发明是根据基于这样一个研究结果，即，如采用合适的吸收条件、易挥发咖啡风味和香味化合物则可在冷水中回收，并可在其中被吸收。

由于吸收塔适于选择性地分离风味组分，因此，通过吸收塔可回收由提取液汽提过程得到的易挥发咖啡香味组分的约 50%，优选 75%至 90%。

此外，用蒸发器来把糠醛的回收程度抑制到低于正被浓缩的提取液中存在的糠醛的 60%，方法是在汽提器处，只对送入汽提器的一开始 20%或优选低于 12%的提取液回收作为香味物质的糠醛。

将精制或吸收的香味物质添加到含固形物 50%或更高的浓提取液中，接着喷雾干燥。

我们还发现，优选的是采用含有足以在计量槽提取液中产生吹扫和俘获气相色谱计数为高于 2500 μ g/gm，或 1000 μ g/gm “易挥发物”或更多的易挥发芳香物的焙炒及磨碎咖啡。获得最小气相色谱计数的一种方法是用 30%，最好为 40%阿拉伯咖啡制成基本提取液，该提取液含有与经气提回收的“生咖啡”(“green”)香味物质充分混合的酒样和奶油样风味。

本发明涉及使用相对较廉价设备，而以前使用的气体香味物质收

集器设备是昂贵的，例如液氮冷凝器或盐水冷却薄膜汽液接触器，如螺旋式换热器(votator)。本发明的另一优点是工艺的多重应用，理想的是俘获非冷凝气体风味物质和香味物质化合物以留在最终产品中。

一种采用喷雾干燥由焙炒和磨碎的咖啡获得的浓缩的浓缩咖啡水提取液制备可溶咖啡的方法。该方法采用如下步骤俘获其中的易挥发性、非冷凝咖啡香味物质，并固定于最终干咖啡中，所述步骤为：

a)从新鲜柱排出提取液，得到经焙炒和磨碎咖啡提取液，该提取液其特征为用吹扫和俘获法测得气相色谱最小总计数为每克咖啡固形物 2500 μ g(每克 1000 μ g “易挥发物”)。

b)将提取液收集在计量槽中；

c)用水封真空泵收集来自该槽的易挥发香味物质，使之冷凝并收集于密封水中；

d)用蒸汽汽提来自步骤 b)的提取液,并用冷凝器收集高达 20% 的可冷凝香味物质,在步骤 c)的真空泵中收集未冷凝的香味物质；

e)在负压条件下，将所述汽提过的咖啡水提取液蒸发浓缩至固形物重量超过约 40%，优选为 50%，以 55%为更佳；

f)将步骤 c)的密封水和步骤 d)的冷凝汽提香味物质引至有 4 - 48 块塔板的冷却水吸收塔，并且 L/V 为 0.1/1 至 30/1；

g)将一部分吸收物再循环至步骤 c)真空泵的水封处；

h)将步骤 f)的吸收物与步骤 e)的浓缩提取液合并；以及

i)喷雾干燥步骤 h)合并的汽提物和提取液。

步骤 e)的蒸发浓缩可用单效或多效真空蒸发器或其他适宜的浓缩设备实施，包括采用刮膜蒸发器。

进入喷雾干燥的步骤 h)的汽提物和提取液的固形物浓度约为 35%至 60%，以 50%至 60%为佳。

本发明包括使用汽提装置去除挥发性香味物质，在气体吸收塔内由冷水吸收介质俘获汽提物中非冷凝香味物质和其他“易挥发”香味物质，以及利用高粘度喷雾干燥，使“易挥发物”固定于干咖啡中。

采用 8 - 48 级结构填料塔(例如格利希塔中放置古德洛填料)，将非冷凝蒸汽“易挥发物”俘获于水中，使挥发物在吸收塔收 0.1/1 至 30/1 的高液气比接触，尤以 4/1 或 8/1 至 24/1 为佳。

参见附图 1，该图表示本发明方法的流程图，185 °C 的热给水 1 进入串联的渗滤柱 2，水从最后的咖啡渣滓，逆向引入到最新鲜的咖啡。通过两个或两个以上的渗滤柱后，用柱用冷却器 4 冷却含有经高压灭菌过的含咖啡固体的给水，此时，冷却器 4 将提取液温度降至 100 °C 以下。然后，提取液流至一个或几个装有新鲜咖啡的柱 3。为尽可能地收集优质香味物质和咖啡提取液，最好采用两个或更多的新鲜咖啡柱。该图 1 中表示了 3 个高压灭菌柱和 3 个新鲜咖啡柱。将最后一个柱的提取液收集在排放槽或计量槽 5 中，未冷凝的挥发性气(排出气)和在计量槽中脱离出提取液的气体(顶部空间的二氧化碳气体)置换空气，充满常压柱，通过管道 7，被水封真空泵 6 抽除。泵密封的水是通过管道 8 由冷却的吸收塔水得到的，一旦达到稳态操作时，所说的吸收塔中的水即含有收集的香味物质。操作开始时，在吸收塔中使用的是新鲜水。

计量槽 5 的提取液通过管 10 流向汽提器 9，并用喷嘴 12 雾化。蒸汽 11 在雾化提取液的下方引入汽提器，蒸汽把大量香味气和部分水排至冷却的水冷凝器 14。来自汽提冷凝器 14 中的未冷凝的香气通过管道 15 送至真空泵 6，而冷凝的液体香味物质 17 流入吸收塔或涤气器 18。操作开始时，在结构填料 20 上方喷射所添加的水 19，使吸收物从装有 8 至 24 级填料的吸收塔排至槽 22。含有香味物质的吸收物 21 收集在槽 22 中，而部分通过管道 8 再循环至真空泵密封装置

6。

汽提过的提取液 23，自汽提器 9 引入蒸发器 24，固形物含量最好为 50 - 70% 的浓缩提取液 25 和香味物质 26 混合，在 27 中喷雾干燥。

附图 2 是含“易挥发”香味物质的物料平衡图，如本文所述，用吹扫和俘获试样制备物，经毛细管柱气相色谱测定分析，以每克固形物含 ppm 香味物质或 $\mu\text{g/gm}$ 可溶固形物表示。一般来说，这些物料平衡量的变化幅度为 $\pm 50\%$ ，较好为 $\pm 25\%$ ，以 $\pm 15\%$ 为最佳。由图可见，约 88ppm 的排出气和 88ppm 出自计量槽 5 的二氧化碳顶隙香气，以及 206ppm 出自汽提器 9 的未冷凝“易挥发物”被水封真空泵 6 抽吸入涤气器或吸收塔 18，同时还引入由汽提冷凝器 14 得到的冷凝香味物质 17。在吸收塔 18 中，用流过 8 - 24 级结构填料的冷却水回收这些香味物质。

当新柱装满提取液时，从中排出的气体是排出气，其含“易挥发”香味物质的量约为提取液中总“易挥发”香味物质的 5 - 15%。

二氧化碳顶隙香气溶于提取液，并释放入计量槽中，其中香气大致与排出气相同。

真空操作提取液汽提器 9，它由一个开口室构成，提取液在近其顶端用喷嘴雾化，并通过蒸汽，该蒸汽脱除高至 20% 引入汽提器的提取液，最好小于 12%，以 3 至 12% 为最佳，并脱除提取液中 70 - 95% 的“易挥发物”。在汽提器内除去约 60% 至 70% (重量) 蒸汽。然后，汽提过的香味物质冷凝于水冷凝器，该冷凝器脱除约 99% 水蒸汽而仅脱除 70% 至 90% “易挥发物”。大部分余留“易挥发物”由真空泵泵出，收集在从涤气器 18 排出的冷芳香化水的水封泵 6 中。当然，从提取液分离的蒸汽精确量随操作条件而变化。

所用真空泵 6 是市售液环真空泵，用管子输送以收集水封中未

冷凝的香味物质。在控制速度条件下，将水输入泵内进行运转。然后，藉叶轮加速，由离心力将水甩向轮壳周边。叶片间形成的空腔完全浸在轮壳内的水中，当叶片转动时，在它们的顶部仅有水，因而形成密封。该泵涉及成所述空腔与端盖的入口一致，将流程空气引入泵内。

用类似方法但反向作用，迫使空气从泵的另一端端盖部位排出。随着流程空气通过该泵，发生充分混合，导致吸收未冷凝的香味物质。

通常用 $0 - 10^{\circ}\text{C}$ ，最好是 $0 - 5^{\circ}\text{C}$ 冷水逆向操作吸收塔或涤气器 18，液气比可为 $0.1/1$ 至 $30/1$ ，以 $4/1$ 至 $24/1$ 为佳。按提供最小压力降来确定涤气器的直径。涤气器的上部装有结构填料使其为约 $4 - 48$ 级。其他商品填料也是适宜的，只要能得到类似结果，而压力降并不太大即可。

将汽提器的冷凝香味物质加至吸收塔或涤气器，以助回收香味物质和保持稳态平衡及批量完整性。

涤气器内用水的优点是较易清洗，无生物问题。该涤气器可在高达 50psig 压力下操作，因此可提高效率。

来自吸收塔的香味物质储存在冷却香味物质槽 22 中，由此返回至从蒸发器 24 回收的浓提取液。

汽提过的提取液在如 APV 公司所生产的多级真空蒸发器 24 中蒸发，使含固形物 $10 - 20\%$ 提取液浓缩至 40% 以上，最好含固形物 50% 以上。按 3 级操作蒸发器，即三效蒸发器带有保持在 70°C 、 60°C 和 50°C 的沸腾提取液，由调整每个闪蒸室的真空控制。一效蒸发器用蒸汽加热，二效和三效蒸发器用前一效蒸发器的蒸汽加热，每一效蒸发器生成的冷凝液含有一定量包括很多不合要求风味的香味化合物。不合要求风味中大部分是糖醛，在溶解工艺中易产生不平衡状态。汽提结果使我们可保留更多自然(类似焙炒和磨碎)平衡的所期望的组分。

蒸发器的冷凝液送至排放口。

来自香味物质槽的香味物质与浓缩提取液混合，利用工业用线性静态混合器连续进行混合。计量泵用以把香味物质返回加到位于喷雾干燥器进料泵入口处的提取液进料管线中。该比率根据加入干燥器的固形物量控制。通常返回量为 100%，但有时返回量减至 100% 以下。

采用高粘度喷雾干燥芳香化提取液，该方法利用 2500psi 和喷射系统喷嘴，将含 55% 固形物的提取液的小颗粒喷射成热气状态。该提取液，由于其颗粒粒径小而快速干燥。高比率俘获了“易挥发”香味物质。还控制喷雾干燥器入口温度为 250 °C 至 270 °C，出口温度为 105 °C 至 120 °C，最好低于 110 °C，以保持含水率比常规干燥提取液多 0.5 至 1.5%，即最终含水量为 3% 至 5%。这还防止了不希望的蒸煮味和焦糖味的增加。

最终的干燥咖啡进行成块、压碎、与其他咖啡混合，并可另作处理，研制出优质咖啡产品。测量咖啡组分的吹扫和俘获法是通过从可溶咖啡、咖啡提取液、咖啡饮料或香味物质水溶液收集咖啡挥发物进行的。这是在外式热动力汽提塔(external Dynamic thermal Stripper)，如型号 1260 多层吸附捕集器中通过惰性气体吹扫挥发物进行。

该捕集器用 Envirochem 公司的 Unicon 810A 浓缩器进行热解吸，将挥发物作为小试样塞插入装有火焰电离检测器(FID)或其等同物的 perkin Elmer Sigma 1 气相色谱仪中。

在 100ml 量瓶中制备约含 1%(重量)咖啡固形物的试样，在炉子控制温度为 65 °C 的热动力汽提器中，向瓶中的容量物以 60ml/min 喷射氮，将挥发物收集在型号 ST301 吸着管(sorbent Tube)内。所述收集挥发物的管子包括玻璃珠/Tenax Ta/Ambersorb/活性炭。将 2 ml 0.1 的 4 - 甲基噻唑溶于 3ml 水作为外标物。

在 230 °C 下，将收集管收集的挥发物送至 Unicon 浓缩器中进行

浓缩，然后引入熔凝硅石涂壁开口管柱(WCOT)的色谱柱(25m × 0.32mm)，即涂有 CP Si15 的毛细管，涂层根据 Chrompack 或 Scientific 公司标定的 1 μ m 薄膜厚度。检测温度为 250 °C，喷射器温度为 230 °C，炉温先处于 0 °C 下 6 分钟，然后，按 6 °C/min 序升至 200 °C，并在此温度保持 5 分钟。

分析结果列于下表：

试样名称	计量槽提取液
总的 FID	4280
乙醛	935
IBA	400
IVA	327
2 甲基丁醇	284
呋喃	17
2 甲基呋喃	0
联乙酰	67
2, 3 戊烷二酮	68
糖醛	1148
易挥发芳香物(除糠醛外)	2098

火焰电离检测器(FID)总计数为 4280，包括糖醛、“易挥发物”和较高分子量化合物。易挥发物为乙醛、异丁基乙醛(IBA)、戊酰醛(IVA)、2 - 甲基丁醇、呋喃、2 - 甲基呋喃、联乙酰、2, 3 - 戊二酮的总量。

业已认为，按本发明制备的喷雾干燥产品类似于冷冻干燥咖啡，它们的风味可称为酒味、奶油味、芳香、细腻、温和及非常醇美。

实施例

将 100%阿拉伯豆混合物焙炒至 55 号焙炒色，粗磨，进行渗滤处理，制成浓度约 15%的咖啡提取液。每个柱装有 660kg 左右密度为 300kg/m^3 的新焙炒和磨碎咖啡。

当新的咖啡柱装满来自邻近新柱的提取液时，置换气体通过排出管线引向香味物质回收系统，这种气体体积大约等于 66%渗滤柱体积即 1.45m^3 。

该柱充满后，咖啡提取液流进密封计量槽，冷却至 $35\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下时被排放。当提取液进入计量槽时，同时释放溶解的气体，这些气体也通过排出管线引向香味物质回收系统。流入计量槽的提取液全部重量为每个循环 $1980\text{kg}(\text{DOF}3.0)$ ，完成一个循环约需 35 分钟。

排出气包括焙炒过程产生的“易挥发物”和渗滤系统中湿润和提取焙炒和磨碎咖啡释放的“易挥发物”。

然后，将提取液以 8000kg/hr 送至汽提器，低压蒸汽以大致为 225kg/hr 速率给入汽提器，因低真空对汽提器的影响，致使 320kg/hr 香味物质蒸汽传送至冷凝器。

当进行 4%汽提时，约有 75%标的物“易挥发”化合物从提取液解吸，其中，约 75%随蒸汽冷凝，25%通过真空泵排出冷凝器。

在三效 APV 蒸发器中，将提取液蒸浓至 60%左右。

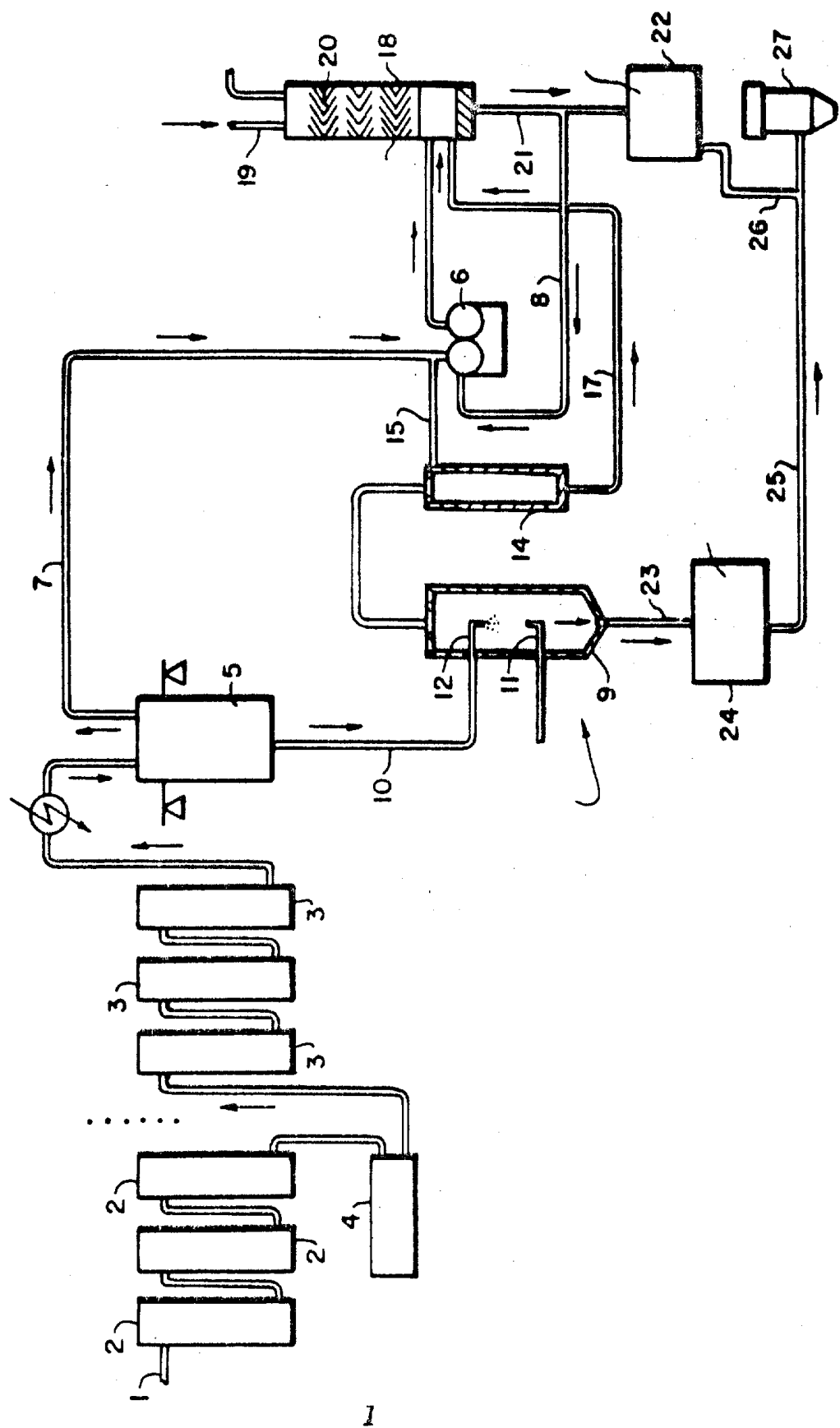
将来自汽提冷凝器的未冷凝气体，以及从渗滤柱和计量槽排出的气体给入涤气器，新鲜的冷却水($5\text{ }^{\circ}\text{C}$)以 80kg/hr 进入柱顶部。当水和气体逆流通过该柱时，90 - 95%易挥发组分被吸入液流。

来自前面汽提过程的冷凝汽提香味物质也给入填料下方的涤气器，这导致两股香味物质流均匀混合，起到对水封的缓冲作用。当香味产品离开涤气器时，已冷却至 $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、一部分产品流转移至真空泵，作为水封，再循环至涤气器。

香味产品储存在夹套槽内，返回至用计量泵给入喷雾干燥器的提取液。根据给入喷雾干燥器的固形物量，以相当于 100% 的量给入液体香味的质，在本实施例中，每 3kg 可溶固形物加至喷雾干燥器，加入 1kg 液体香味物质。

在入口温度 260 °C，出口温度小于 110 °C 喷雾干燥器中干燥芳香提取液，从而获得芳香的干粉。

图 1



2

