


 ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
 ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ
(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ(21), (22) Заявка: **2006119430/13**, **20.04.2005**(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
20.04.2005(30) Конвенционный приоритет:
24.05.2004 GB 0411556.4(43) Дата публикации заявки: **10.02.2008**(45) Опубликовано: **20.12.2009** Бюл. № **35**(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: **US 6015913 A**, **18.01.2000**. **EP 1026164 A**,
09.08.2000. **EP 0906761 A**, **07.04.1999**.(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную
фазу: **04.08.2006**(86) Заявка РСТ:
IB 2005/001075 (20.04.2005)(87) Публикация РСТ:
WO 2005/115160 (08.12.2005)Адрес для переписки:
191002, Санкт-Петербург, а/я 5, ООО
"Ляпунов и партнеры", пат.пов.
Ю.В.Кузнецовой

(72) Автор(ы):

ПОНС-АНДРЕ Хосе-Висенте (ES),
СЬЕНФУЭХОС-ХОВЕЛЛАНОС Элена
(ES),
ИБАРРА Альвин (ES)

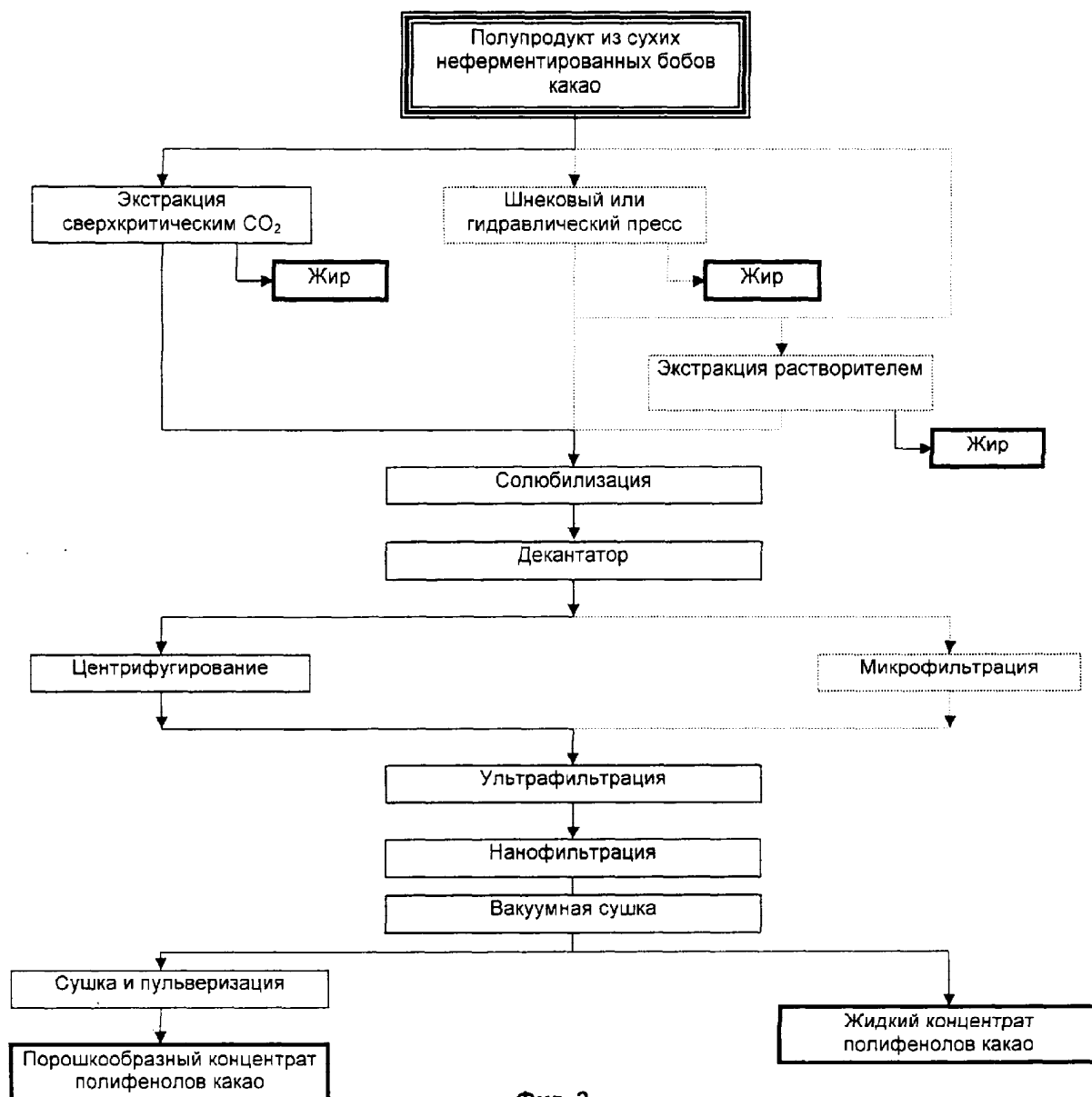
(73) Патентообладатель(и):

НАТРАСЬЮТИКАЛ, С.А. (ES)**(54) СПОСОБ ПРОИЗВОДСТВА КОНЦЕНТРАТА ПОЛИФЕНОЛОВ КАКАО**

(57) Реферат:

Изобретение относится к пищевой промышленности. Способ предусматривает бланширование неферментированных бобов какао в воде при температуре 85-100°C в течение 3-15 минут, их сушку при температуре меньше 85°C до содержания влаги в бобах не более 15 мас.%, измельчение сухих неферментированных бобов какао, причем по меньшей мере 99 мас.% полупродукта имеет размер частиц меньше или равный 300 мкм, затем проводят обезжиривание. Далее из

полупродукта экстрагируют полифенолы с получением экстракта полифенолов какао и экстрагированных твердых веществ, концентрируют экстракт полифенолов какао с получением концентрата полифенолов какао, в котором полифенолы присутствуют в концентрации по меньшей мере 10 мас.%. Изобретение позволило получить концентрат полифенолов какао с высоким содержанием (+)-катехина, (-)-эпикатехина и олигомерных флавоноидов, обладающих антиоксидантным действием. 4 н. и 38 з.п. ф-лы, 5 ил., 3 табл.



Фиг. 2



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION(21), (22) Application: **2006119430/13, 20.04.2005**(24) Effective date for property rights:
20.04.2005(30) Priority:
24.05.2004 GB 0411556.4(43) Application published: **10.02.2008**(45) Date of publication: **20.12.2009 Bull. 35**(85) Commencement of national phase: **04.08.2006**(86) PCT application:
IB 2005/001075 (20.04.2005)(87) PCT publication:
WO 2005/115160 (08.12.2005)Mail address:
**191002, Sankt-Peterburg, a/ja 5, OOO "Ljapunov i
partners", pat.pov. Ju. V. Kuznetsovoj**

(72) Inventor(s):

**PONS-ANDRE Khose-Visente (ES),
S'ENFUEhKhOS-KhOVELLANOS Ehlena (ES),
IBARRA Al'vin (ES)**

(73) Proprietor(s):

NATRAS'JuTIKAL, S.A. (ES)**(54) PRODUCTION METHOD OF CACAO POLYPHENOL CONCENTRATE**

(57) Abstract:

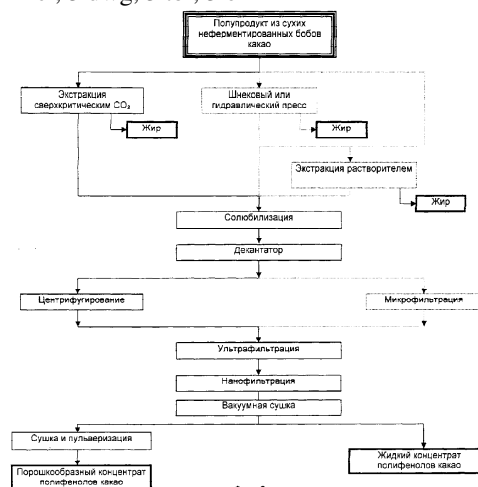
FIELD: food industry.

SUBSTANCE: method provides for blanching non-fermented cocoa beans in water at 85-100°C during 3-15 minutes, its drying at temperature less than 85°C till moisture content not more than 15 wt %, milling of dry non-fermented cocoa husks, at least 99 wt % of semiproduct has particles size less or equal 300 mckm. After that defatting is performed. After that polyphenols are extracted from semiproduct to obtain cocoa polyphenols extract and extracted solid substances, cocoa polyphenols extract is concentrated to obtain cacao polyphenol concentrate where polyphenols are presented in concentration at least 10 wt %.

EFFECT: invention allows to obtain cacao polyphenol concentrate with high content of (+)-

catechine, (-)-epicatechin and oligomeric flavonoids with antioxidant properties.

42 cl, 5 dwg, 3 tbl, 3 ex



Фиг. 2

Настоящее изобретение относится к способам приготовления продуктов какао, которые обогащены полифенолами какао, где исходные материалы представляют собой неферментированные какао-бобы. Более конкретно, в настоящем изобретении предложен способ приготовления жидкого и порошкообразного концентрата полифенолов какао из неферментированных бобов какао.

Предшествующий уровень техники

В настоящее время существует значительный интерес к полифенолам какао не только по причине того, что они влияют на аромат какао, но также и ввиду их антиоксидантного действия и возможного благоприятного влияния на здоровье. Общее содержание полифенолов в свежих неферментированных обезжиренных и сухих бобах какао может варьировать в диапазоне 12-20 мас.%. Основные присутствующие полифенольные соединения представляют собой мономерные флавоноиды, такие как (+)-катехин, (-)-эпикатехин, и олигомерные флавоноиды, такие как проантоцианидины, половина из которых представляют собой димеры (B1-B8). Другими соединениями, которые были идентифицированы, являются кверцетин и гликозиды кверцетина, кверцетрин, лютеолин, апигенин, лара-кумариновая, кофеиновая, хлорогенные кислоты и другие соединения.

Производство какао включает ферментацию, в ходе которой происходит множество биохимических реакций, в результате которых компоненты и предшественники шоколада приобретают цвет и аромат. Процессы ферментации, среди прочего, снижают терпкость, кислотность и горечь какао.

В ходе процесса ферментации свежие бобы какао собирают в кучу или в деревянный ящик и оставляют, как правило, на 5 дней. Ферментация принципиально может быть разделена на две основные стадии: анаэробная ферментация и аэробная ферментация. В ходе анаэробной ферментации образуются предшественники аромата какао. Сахара плодовой мякоти конвертируются до восстановленных сахаров, фруктозы и глюкозы, а белки разрушаются до пептидов и свободных аминокислот. Эти продукты образуют предшественников для реакции Майяра, в процессе которой при сушке и обжиге бобов развиваются характерные ароматы какао и шоколада. Анаэробная ферментация оптимизирует условия ферментативного потемнения, представляющего собой реакцию, осуществляемую полифенолоксидазой (ПФО). Как правило, аэробная ферментация начинается через два дня после начала ферментации. На этой стадии ПФО катализирует окисление фенолов в орто-хиноны, представляющие собой высокореакционные соединения. Образовавшиеся орто-хиноны претерпевают спонтанную полимеризацию с образованием высокомолекулярных соединений или коричневых пигментов (меланинов). Эти меланины, в свою очередь, могут вступать в реакцию с аминокислотами и белками, усиливающими коричневое окрашивание. Эти высокомолекулярные конденсированные полимеры становятся все более нерастворимыми по мере увеличения степени полимеризации. Кроме того, они обладают меньшей биодоступностью по сравнению с их предшественниками. Условия аэробной ферментации являются идеальными для реакций с ПФО, и высокое поглощение кислорода в ходе сушки дополнительно способствует ферментации.

Множество исследований сфокусировано на ингибировании или предотвращении активности ПФО в пищевых продуктах. За долгие годы были разработаны различные способы ингибирования этих неблагоприятных ферментативных активностей. Некоторые из этих способов могут быть применены для предотвращения ферментативного потемнения. Например, в статье "The manufacture of cocoa polyphenols as healthy supplements in food products", Kattenberg et al. описано применение

микроволнового нагрева для предотвращения активности ПФО в
неферментированных бобах. Тем не менее, применение микроволн является
дорогостоящим, поскольку требуется специальное оборудование. Кроме того, при
использовании обработки микроволнами сложно контролировать температуру в

неферментированных бобах.
Неферментированные бобы какао не обладают тем же самым органолептическим
профилем и тем же самым профилем полифенолов как ферментированные бобы
какао. Неферментированные бобы имеют очень горький и терпкий вкус с небольшим
проявлением аромата шоколада.

В процессе обработки какао содержание флавонолов (мономеров),
присутствующих в исходных неферментированных сырых бобах какао, в
значительной степени зависит от обращения с ними после сбора и способов
обработки. Как ферментация, так и щелочные стадии при производстве порошка
какао и шоколада могут в значительной степени уменьшить содержание мономера. В
процессе ферментации общее количество полифенолов в какао уменьшается до 30% от
исходного значения, а содержание (-)-эпикатехина, представляющего собой основной
субстрат полифенолоксидазы (ПФО) какао, уменьшается на 90% при
пропорциональном увеличении содержания катехина.

Процессы ферментации и сушки изменяют содержание и состав полифенольных
соединений. Ферментированные бобы какао содержат меньшее количество
низкомолекулярных полифенолов и больше конденсированных полифенолов.
Конденсированные полифенолы вовлечены во взаимодействие между белком и
фенолом и могут вносить вклад в низкую усвояемость и плохую биологическую
ценность фенолов и белков какао.

Исследования показали, что полифенолы какао увеличивают устойчивость к
окислению холестерина липопротеинов низкой плотности (ЛПВП-холестерина) и
антиоксидантный статус плазмы крови, модулируют активность тромбоцитов,
увеличивают синтез окиси азота и расширение сосудов, модулируют синтез
эйкозаноидов, защищают от пероксинитрита и модулируют иммунную систему.

Полифенолы, которых в рационе людей содержится больше всего, необязательно
наиболее полезны, либо потому, что они плохо абсорбируются из тонкой кишки и
быстро выводятся из организма, либо вследствие того, что их метаболиты обладают
низкой активностью. Мономерные флавонолы абсорбируются лучше по сравнению с
полимеризованными проантоцианидинами. Несколько исследований
продемонстрировали, что проантоцианидины не абсорбируются в желудке и, таким
образом, их действие ограничивается тонкой кишкой. Кроме того, мономерные
флаванолы, такие как катехины и эпикатехины, обладают большей антиоксидантной
активностью в отношении плазмы крови, как показано в исследованиях *in vitro* и *in vivo*.

Таким образом, очевидно, что существует потребность в простом и экономичном
способе, которым полифенолы могут быть экстрагированы из неферментированных
бобов какао, где полифенолы не претерпевают полимеризацию, катализируемую
ферментом полифенолоксидазой.

Подробное описание изобретения

Настоящим изобретением предложен способ приготовления концентрата
полифенолов какао, при котором:

а) неферментированные бобы какао подвергают бланшированию в воде при
температуре 85-100°C в течение 3-15 минут, с получением неферментированных бобов

какао, имеющих уменьшенную активность полифенолоксидазы;

б) неферментированные бобы какао с уменьшенной активностью полифенолоксидазы сушат при температуре меньше 85°C с получением сухих неферментированных бобов какао, имеющих содержание влаги не более 15 мас.%;

в) измельчают сухие неферментированные бобы какао с получением полупродукта сухих неферментированных бобов какао, причем по меньшей мере 99 мас.% полупродукта имеет размер частиц меньше или равный 300 мкм;

г) экстрагируют полифенолы из полупродукта сухих неферментированных бобов какао с получением экстракта полифенолов какао и экстрагированных твердых веществ;

д) концентрируют экстракт полифенолов какао с получением концентрата полифенолов какао, в котором концентрация присутствующих полифенолов составляет по меньшей мере 10 мас.%;

причем в данном способе дополнительно осуществляют стадию обезжиривания перед стадией (г).

Термин «неферментированные» относится к бобам какао, которые были извлечены из стручка максимум в течение 5 часов. Предпочтительней, бобы какао удаляют из стручка в течение менее 2 часов. Ферментация представляет собой процесс, который естественно происходит после извлечения бобов какао из стручка в теплых и влажных условиях. Будучи естественным процессом, ферментация проходит относительно медленно и, таким образом, бобы какао, которые удалены из стручка лишь за 5 часов, по существу не подвергнуты ферментации. С экономической точки зрения, сложно найти источник таких бобов.

В одном из воплощений настоящего изобретения может быть предпочтительно перед стадией (а) включить предварительную стадию, чтобы поддерживать неферментированное состояние у неферментированных бобов какао. На этой стадии можно, например, погружать неферментированные бобы какао в раствор воды и аскорбиновой кислоты.

Включение в способ стадии (а), представляющей собой стадию бланширования, является существенным для обеспечения минимальной полимеризации полифенолов и, таким образом, сохранения высокого содержания мономерных полифенолов, присутствующих в неферментированных бобах какао. Стадию бланширования осуществляют в воде при температуре 85-100°C. Эта температура обеспечивает денатурацию и, таким образом, дезактивацию фермента полифенолоксидазы. Стадия бланширования должна протекать в течение 3-15 минут. Если длительность этой стадии окажется больше, то могут начаться другие нежелательные реакции неферментативного потемнения, такие как реакция Майяра.

Применение воды на стадии бланширования не является общепринятым, поскольку существует обычная практика избегать увлажнения неферментированных бобов какао ввиду того, что любая добавленная влага должна быть удалена на последующей стадии. Тем не менее, авторы изобретения обнаружили, что включение стадии бланширования с использованием воды приводит к полезному результату, поскольку выделяется высокая доля полифенолов, присутствующих в исходных неферментированных бобах какао.

После стадии (а) неферментированные бобы какао, обладающие уменьшенной активностью полифенолоксидазы, сушат.

Исходное содержание влаги в свежих неферментированных бобах составляет от 45 мас.% до 55 мас.%. После сушки окончательное содержание влаги должно быть

меньше 15 мас.%, предпочтительно меньше 10 мас.%.

В одном из воплощений настоящего изобретения, в регионах, где погода относительно сухая в период сбора урожая, неферментированные бобы какао с уменьшенной активностью полифенолоксидазы сушат на солнце. Бобы распределяют в слой толщиной приблизительно 100 мм под солнцем на ковриках, поддонах или террасах. Бобы ворошат с некоторым интервалом и сгребают, и укрывают на ночь или на время дождя. Поддоны могут представлять собой цельные помосты с крышей или располагаться на кругах, как принято в Центральной и Южной Америке.

Поддоны могут быть на ночь задвинуты над помостом по несколько под одной крышей, один над другим, для экономии пространства. В Западной Африке бобы распределяют на любой горизонтальной поверхности (т.е. концентрированная терраса или полиэтиленовый лист). Предпочтительный способ, который является обычным для Ганы, заключается в распределении бобов на ковриках, изготовленных из расщепленного бамбука, которые затем помещают на низкие деревянные конструкции. Коврики могут быть скатаны для защиты бобов во время дождя. Этот способ имеет несколько преимуществ, заключающихся в том, что легче сортировать бобы для удаления дефектных бобов и чужеродного материала. Кроме того, риск загрязнения снижен по сравнению с бобами, которые сушат на уровне земли. Обычно требуется приблизительно неделя солнечной погоды для того, чтобы высушить бобы до содержания влаги 7-8 мас.%, необходимого для предотвращения заплесневения при хранении.

Или же на стадии (б) неферментированные бобы какао с уменьшенной активностью полифенолоксидазы могут быть высушены с использованием установок для сушки нагретым воздухом (т.е. сушильных установок периодического действия, установок для сушки партий с внутренней рециркуляцией, установок для сушки со смешанным потоком и установок для сушки с поперечным потоком), с использованием установок для сушки ненагретым воздухом, с использованием комбинации установок для сушки нагретым и ненагретым воздухом, с использованием промышленных зерносушилок (таких как сушилки солода), установок для сушки периодического действия с кипящим слоем, контактных установок для сушки при нормальном давлении или в вакууме (т.е. вакуумный поддон, вакуумное кольцо, диск, тонкая пленка, барабан, вращающаяся установка для сушки, установка с горизонтальным перемешиванием, установка с непрямым роторным вертикальным перемешиванием), или электрических установок для сушки (т.е. установок для сушки высокой частотой и микроволнами).

На стадии (б) температура боба не должна превышать 85°C и, предпочтительно, должна быть меньше 70°C, предпочтительней - меньше 50°C. Это обусловлено тем, что при температуре выше 70°C происходит полимеризация полифенолов какао. Таким образом, необходимо поддерживать низкие температуры в течение процесса сушки. Когда используют электрические установки для сушки, должна быть выбрана подходящая частота для того, чтобы избежать полимеризации. Например, для установок для сушки высокой частотой могут быть использованы частоты от 15 до 35 МГц, а в случае установок для сушки микроволнами подходят частоты от 900 до 2300 МГц. В сухих неферментированных бобах какао, полученных на стадии (б), сохраняется значительная доля исходного количества полифенолов. Это является следствием инактивации ПФО и мягких условий, ингибирующих разрушение и полимеризацию полифенолов. Главная характеристика этих сухих неферментированных бобов какао заключается в их интенсивном фиолетовом цвете,

который является показателем стабилизации полифенолов.

Содержание полифенолов в образцах может быть измерено с помощью одного из нескольких методов. Наиболее часто используемый метод представляет собой метод Фолина-Чокальте (Folin-Chocalteau), который позволяет получить результат, выраженный в мас. % (Singleton et al., 1999). Также, могут быть использованы другие методы идентификации и количественной оценки профиля полифенолов, например, системы жидкостной хроматографии высокого давления (ЖХВД) и масс-спектрометр, ЖХ-МС, ВЭЖХ с детектированием в ультрафиолетовом (УФ) диапазоне, сверхкритическая флюидная экстракция (СФЭ), ВЭЖХ с использованием двойного интерактивного детектирования путем спектрофотометрии на основе диодной матрицы и масс-спектрометрии (ВЭЖХ-СДМ-МС) и также ЖХ-ядерный магнитный резонанс (ЯМР).

Сухие неферментированные бобы какао, полученные на стадии (б), могут быть расщеплены. Кроме того, можно проводить провеивание сухих бобов для того, чтобы отделить шелуху. Это позволяет получить два продукта: один с шелухой, а другой без шелухи. Эти методики в настоящее время имеются на вооружении в производстве порошка какао. Содержание полифенолов в продукте без шелухи, т.е. сухих неферментированных кусочках какао с шелухой, находится в диапазоне от 3 до 10 мас. %, а содержание полифенолов в продукте без шелухи, т.е. сухих неферментированных кусочках какао с шелухой, находится в диапазоне от 4 до 11 мас. %

После стадии (б) полученные сухие неферментированные бобы какао измельчают (стадия (в)). Включение стадии измельчения необходимо для повышения эффективности экстракции полифенолов на последующей стадии (г). По завершении стадии (в) по меньшей мере 99 мас. % полученного полупродукта сухих неферментированных бобов какао имеет размер частиц меньше или равный 300 мкм, предпочтительно меньше 100 мкм, предпочтительней меньше 80 мкм, например 40 мкм.

При воплощении настоящего изобретения, когда сухие неферментированные бобы какао со стадии (б) не обезжиривают перед стадией (в), предпочтительно на стадии (в) использовать криогенную мельницу.

Криогенные мельницы уникальны, поскольку другие мельницы могут засоряться жирами, содержащимися в сухих неферментированных бобах какао, когда температура превышает температуру плавления жира. Какао обычно содержит от 50 до 55% жира в зависимости от вида и типа какао. Этот жир, обычно известный как масло какао, имеет температуру плавления от 30 до 37°C. Существующие в настоящее время способы измельчения, работающие в этом диапазоне температур, приводят к плавлению продукта в устройстве и чрезвычайно затрудняют работу.

В качестве охладителя для понижения температуры в процессе измельчения может быть использован жидкий азот или жидкая карбоновая кислота. Подходящая температура для измельчения целых бобов должна быть меньше 0°C, предпочтительно меньше -5°C, предпочтительней - меньше -10°C, например -15°C. На этой стадии могут быть использованы доступные в настоящее время промышленные криогенные мельницы. Тем не менее, некоторые виды мельниц, например пестиковые мельницы, мельницы с ножами, классифицирующие-разделяющие мельницы, молотковая мельница и другие, можно приспособить так, чтобы они работали с предварительной криогенной стадией. Другие преимущества криогенной мельницы заключаются в том, что низкая температура сохраняет стабильность полифенолов и

также позволяет избежать окисления путем использования инертной атмосферы. Эти положительные эффекты относятся не только к полифенолам, но также и к жиру, который очень чувствителен к высокой температуре и кислороду. Общее содержание полифенолов в полупродукте из сухих неферментированных бобов какао составляет 4-11 мас.%.
5

Когда перед стадией (в) включают стадию обезжиривания, стадию измельчения частиц предпочтительно проводить с применением мельницы-сепаратора.

Существуют также другие мельничные системы, подходящие для использования, например пестиковые мельницы. Кроме того, в эту стадию может быть включена операция окончательной сортировки для получения полупродукта из сухих неферментированных бобов какао, по меньшей мере 99 мас.% которого имеет размер частиц менее 120 мкм. Когда используют мельницу-сепаратор, окончательный размер частиц контролируют путем регулировки скорости сепаратора и загрузки. В этом воплощении общее содержание полифенолов в продукте со стадии (в) составляет 5-23 мас.%.
10
15

В способе согласно настоящему изобретению осуществляют стадию обезжиривания, на которой из неферментированных бобов какао удаляют жир. Этап, в который включена эта операция обезжиривания, можно модифицировать, но обезжиривание должно быть осуществлено перед экстракцией (г). В одном из воплощений настоящего изобретения стадию обезжиривания осуществляют после стадии (б), но перед стадией (в). Именно в этом воплощении на стадии (в) предпочтительно использовать мельницу-сепаратор. Альтернативно, в еще одном воплощении настоящего изобретения стадию обезжиривания осуществляют после стадии (в), но перед стадией (г). В обоих случаях для уменьшения содержания жира в сухих неферментированных бобах какао может быть использовано несколько способов, например прессование, экстракция растворителя или сверхкритическая флюидная экстракция.
20
25
30

В одном из воплощений настоящего изобретения на стадии обезжиривания осуществляют прессование сухих неферментированных бобов какао или полупродукта с использованием шнекового или винтового пресса. Предпочтительно используют шнековое прессование при давлении до 50 МПа. Получаемый в результате обезжиренный продукт имеет содержание жира не больше 15 мас.%. Процесс обезжиривания дает жмых и жир, который затем удаляют.
35

Один из примеров шнекового пресса состоит из винта (или червяка), вращающегося внутри цилиндрического корпуса (бочки). Прессуемый материал подается между винтом и бочкой и сдвигается при вращении винта в направлении, параллельном оси. Конфигурация винта и его ось таковы, что материал постепенно прессуется по мере его движения в направлении разгрузочного конца цилиндра. Постепенно увеличивающееся давление высвобождает масло, которое вытекает из пресса через щели, находящиеся на периферии бочки, тогда как жмых продолжает двигаться вдоль оси в направлении разгрузочного отверстия, находящегося в другом конце устройства. Шнековые прессы обычно используют в производстве растительного масла. Главное преимущество шнекового пресса заключается в том, что он удаляет больше жира, например, содержание жира в жмыхе уменьшается до 8-9 мас.%.
40
45

Температура в процессе прессования должна быть меньше 85°C, предпочтительно от 60 до 75°C. Содержание жира в полученных обезжиренных полупродуктах составляет меньше 20 мас.% и предпочтительно - меньше 15 мас.%, например 10 мас.%. Общее содержание полифенолов в этих обезжиренных полупродуктах
50

составляет от 5 до 15 мас. %.

Альтернативно для уменьшения содержания жира можно проводить экстракцию растворителем. Этот способ может быть применен непосредственно в отношении полупродуктов из сухих неферментированных бобов какао или в отношении обезжиренных полупродуктов, полученных путем прессования продуктов, полученных на стадиях (б) или (в). Предпочтительно, экстракцию растворителем применяют в отношении обезжиренного полупродукта, полученного путем прессования продуктов, полученных на стадиях (б) или (в). В качестве растворителя для экстракции жира может быть использован гексан, диэтиловый эфир, этилацетат или другие неполярные растворители, пригодные для применения в пищевой промышленности. Особенно предпочтителен гексан. Окончательное содержание жира после экстракции растворителем должно составлять меньше 10 мас. %, меньше 5 мас. %, предпочтительно - меньше 1 мас. %, например 0,5 мас. %. Суммарное содержание полифенолов после экстракции растворителем составляет 9-23 мас. %. После экстракции растворителем остаточный растворитель следует удалить.

Вместо органического растворителя для экстракции жира какао в предпочтительном воплощении настоящего изобретения может быть использован сверхкритический CO₂ и/или другой сверхкритический газ, такой как бутан или пропан. Хотя этот способ является более дорогим, он позволяет избежать проблем с остатками растворителя в порошке и удалением отходов. Преимущество использования сверхкритического CO₂ по сравнению с органическими растворителями при обработке пищи заключается в том, что в конечном продукте не содержится остаточного сверхкритического CO₂ и не происходит температурное повреждение полифенолов в продукте. Окончательное содержание жира после экстракции сверхкритическим CO₂ должно быть меньше 10 мас. %, предпочтительно меньше 5 мас. %, и предпочтительней меньше 2 мас. %.

Существенной стадией способа согласно настоящему изобретению является экстракция природных полифенолов из полупродукта сухих неферментированных бобов какао, полученных на стадии (в).

Полифенолы предпочтительно экстрагированы из полупродукта сухих неферментированных бобов какао путем твердофазной экстракции с использованием растворителя. Полученный продукт представляет собой экстракт полифенолов какао.

Для экстракции полифенолов какао могут быть использованы несколько видов растворителей, предпочтительно - полярные растворители, одобренные Codex Alimentarius для потребления людьми. Предпочтительно использовать воду, этанол или их смеси.

Соотношение количеств полупродукта сухих неферментированных бобов какао и промежуточных продуктов растворителя/самого растворителя может находиться в диапазоне от 1:5 до 1:30, из расчета по массе, например 1/10 мас. долей. Температура экстракции предпочтительно составляет меньше 75°C, например от 20 до 70°C, чтобы избежать полимеризации полифенолов и окисления в ходе процесса. При экстракции смесь промежуточных продуктов и растворителей следует перемешивать. Стадию экстракции осуществляют в реакторе. Для этого нужно использовать соответствующее оборудование, предназначенное для пищевой промышленности, например реактор 316 L из нержавеющей стали или даже реактор 304 L из нержавеющей стали.

Способ согласно настоящему изобретению может включать предварительное растворение промежуточных продуктов для экстракции полифенолов из растворимых

сред.

Время экстракции зависит от эффективности способа. Подходящее время стадии экстракции составляет, например, больше 1 часа, например 2-5 часов. Если возможно, для извлечения полифенолов из одного и того же образца лучше использовать
 5 многократную периодическую экстракцию. Например, образец может быть подвергнут экстракции в одну стадию, и затем жидкость (обогащенная полифенолами) и экстрагированные твердые вещества разделяют путем центрифугирования или фильтрации. Содержание влаги в истощенном твердом
 10 веществе обычно составляет от 55 до 70 мас.%. Эту операцию можно повторить с экстрагированными твердыми веществами еще три или четыре раза, в зависимости от желаемого выхода экстракции, с теми же условиями, как описано выше. Предпочтительно осуществляют не больше четырех экстракций, поскольку
 15 увеличение процента выхода не оправдано стоимостью.

В еще одном воплощении настоящего изобретения при разделении твердого вещества и жидкости используют центрифугирование. Следует применять подходящее оборудование для центрифугирования, например декантатор для разделения
 оставшегося масла и воды в полупродукте сухих неферментированных бобов какао. На рынке имеются промышленные декантаторы. Стадия центрифугирования, как
 20 правило, позволяет получить более 1 мас.% растворимого экстракта, предпочтительно больше 3 мас.%, предпочтительней - более 5 мас.%.

Как еще один вариант, на стадии (г) можно осуществлять фильтрацию через лист из нержавеющей стали или целлюлозный фильтр, имеющий отверстия размером 10-150
 25 мкм, предпочтительно от 2 до 30 мкм. Можно использовать нутч-фильтры от Bachiller S.A. (Spain).

Содержание полифенолов в полученном экстракте полифенолов какао составляет от 10 до 30 мас.%, например 25 мас.%. Полученный экстракт полифенолов какао
 30 находится в жидкой форме.

В еще одном воплощении изобретения на второй стадии экстракции может быть проведено центрифугирование или, возможно, микрофильтрация (МФ) для удаления
 дополнительных растворенных твердых веществ из экстракта полифенолов какао, полученного на стадии экстракции, описанной выше. Для достижения этого
 35 предпочтительно центрифугирование.

Центрифугирование при помощи декантатора основано на разделении двух материалов, где движущими механизмами является различие в специфических силах тяжести двух материалов и приложенного усилия, возникающего в результате
 40 изменения угловой скорости. Центрифуги дискового типа обеспечивают до 10000 g. С использованием этой технологии из экстракта полифенолов какао можно удалить находящееся в растворе твердое вещество, имеющее размер частиц больше 0,45 мкм. Этот тип центрифуг также известен как осветлители или «deslungers». Такие центрифуги имеются в продаже (например, Westfalia Separator Inc., Alfa Laval Inc.).

Микрофильтрацию можно проводить как поперечно-проточный процесс разделения и как фильтрацию без повтора. Предпочтительно в настоящем изобретении используют микрофильтрацию с использованием принципа поперечного
 45 потока. В этом процессе отбрасываются только твердые вещества, бактерии и жировые глобулы. Микрофильтрацию, как правило, осуществляют под давлением меньше 207 кПа (30 ф./кв. дюйм).
 50

Имеется несколько видов мембран, которые могут быть использованы для осветления экстракта полифенолов какао, полученного на стадии (г), методом

микрофльтрации. Например, можно использовать металлические мембраны. Эти мембраны имеют стабильную пористую матрицу, их изготавливают прессованием и агломерированием. Предпочтительно, если мембраны имеют точный контроль температуры кипения, размер пор, определенный в соответствии с ASTM-E-128, мембраны должны быть однородны по проницаемости, пористости, должны иметь высокую эффективность, должны быть способны работать с потоком в двух направлениях и быть изготовлены из нержавеющей стали 316 L, никеля, инконикеля (incomel), хастеллоя и титана. Такие мембраны имеются в продаже, среди прочих, у Graver Technologies (т.е. Scepter) и Atech Innovations GmbH.

Другим типом мембран, которые могут быть использованы для микрофльтрации, являются керамические мембраны. Керамические мембраны представляют собой полые и многоканальные мембраны. Их обычно изготавливают из чистого $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, а пористый мембранный слой - из $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, TiO_2 или ZrO_2 . Такие мембраны химически устойчивы (pH 0-14 при использовании органических растворителей), термически устойчивы (стерилизация паром при температуре выше 100°C), механически устойчивы и химически инертны. Примеры мембран этого типа представляют собой мембраны, которые производят Atech Innovations GmbH, Pall Corporation (т.е. Membralox) и другие.

Для микрофльтрации также могут быть использованы полимерные мембраны. Такие мембраны обычно изготавливают из полипропилена, поливинилидена, фторида, политетрафторэтилена и полиакрилонитрила. К подходящим относятся мембраны, производимые Koch (т.е. MFK-618, MFK-601), Alfa Laval и другие. Экстракт полифенолов какао, получаемый на стадии (г), содержит очень высокую долю полифенолов неферментированных бобов какао, например, по меньшей мере 80%. Тем не менее, экстракт очень разбавлен. Таким образом, в способ по изобретению необходимо включить стадию концентрирования (стадия (д)). Цель этой стадии заключается в удалении какой-либо избыточной жидкости или растворителя с получением концентрата полифенолов какао.

В предпочтительном воплощении настоящего изобретения экстракт полифенолов какао концентрируют методом ультрафльтрации. Ультрафльтрацию используют для того, чтобы отделять самые крупные молекулы от экстракта полифенолов какао. Ультрафльтрация включает использование крупнопористых мембран и достаточно низкого давления. Соли, сахара, органические кислоты, небольшие пептиды и полифенолы проходят через мембрану, тогда как белки, жиры и полисахариды не пропускаются мембраной. Для такой альтернативы может быть использована ультрафльтрация. Система ультрафльтрации должна быть способна отделять молекулы с массой больше 10000 Дальтон (т.е. нужно использовать мембраны, имеющие диаметр пор от 0,05 до 0,1 мкм).

Мембраны для ультрафльтрации обычно изготавливают, среди прочего, из керамики, целлюлоз, полисульфона и поливинилиденфторида. Например, в продаже имеются трубчатые мембраны, мембраны с полыми волокнами, дисковые и спиральные мембраны. Примерами таких мембран являются мембраны, которые поставляют Koch Inc. (т.е. HFM-116/100, HFM-180/513, HFK-618), Alfa Laval Inc., Inge AG Inc. (т.е. Dizzer series) и другие. Такие мембраны функционируют при давлении в диапазоне от 70 до 700 кПа (от 20 до 100 ф./кв. дюйм).

При описанной ультрафльтрации практически все полифенолы проходят через мембрану и лишь небольшая фракция остается в удерживаемом материале. Потеря полифенолов в ретентате должна составлять не больше 10 мас.%, предпочтительно

меньше 5 мас.% относительно общего количества растворенных твердых веществ в экстракте полифенолов какао или в осветленном экстракте полифенолов какао.

После операции ультрафильтрации концентрация полифенолов во всех твердых веществах в фильтрате должна составлять до 30 мас.%, предпочтительно больше 40 мас.%, например 45 мас.%.

Фильтрат, полученный на предшествующей стадии ультрафильтрации, можно пропускать через очень тонкую мембрану для нанофильтрации (НФ) для того, чтобы удалить из раствора растворенные минеральные вещества. НФ также позволяет концентрировать раствор удалением воды. НФ не является таким тонким процессом разделения, как обратный осмос (ОО), и использует более проницаемые мембраны. Тем не менее, мембраны, предназначенные для ОО, также могут быть использованы на этой стадии. При НФ мембрана пропускает небольшие ионы, но отсекает более крупные ионы и большую часть неорганических компонентов в зависимости от размера и формы молекулы. Применяемая в предложенном изобретении НФ предпочтительно отсекает молекулы с массой больше 50 Дальтон.

Мембраны для НФ обычно изготовлены из тонкого пленочного композиционного материала и целлюлоз. Мембраны для НФ могут представлять собой полые волокна или быть спиральными. Примерами этого типа мембран являются мембраны, поставляемые Koch Inc. (т.е. серии TFC-RO, TFC-S, TFC-SR3, SelfRO), PCI Membrane Systems Inc. (т.е. модуль B1, модуль C10, AFC99), Alfa Laval Inc и другие. Мембраны, используемые для НФ, функционируют в диапазоне размеров пор от 0,001 до 0,01 мкм. НФ в настоящем изобретении проводят при давлении от 2000 до 5000 кПа (от 300 до 700 ф./кв.дюйм).

В вышеописанной НФ практически все полифенолы остаются в ретентате. Потеря полифенолов из удерживаемого материала должна составлять не больше 10 мас.%, предпочтительно меньше 5 мас.% относительно общего количества растворенных твердых веществ, присутствующих в прошедшем материале, полученном на стадии НФ.

После операции НФ концентрация полифенолов в общих растворенных твердых веществах прошедшего материала должна составлять до 45 мас.%, предпочтительно больше 50 мас.%, например 55 мас.%.

Важно, чтобы в операции НФ удалялась вода. Таким образом, общее количество растворенных твердых веществ в удерживаемом материале больше, чем в исходном растворе, которым является материал, прошедший через мембрану при ультрафильтрации. Общее количество твердых веществ в прошедшем через мембрану материале предпочтительно больше 5 мас.%, предпочтительней больше 10 мас.%, например 20 мас.%.

Альтернативный путь концентрирования экстракта полифенолов какао со стадии (г) заключается в использовании вакуумного выпаривания. Когда применяют этот способ, используют систему вакуумной сушки. Этот метод также может быть дополнительно использован для концентрирования прошедшего при ультрафильтрации материала или удерживаемого при НФ материала, когда эти стадии включены.

На рынке имеются несколько типов промышленных вакуумных сушилок, которые подходят для концентрирования экстракта полифенолов какао, например, горизонтальные сушилки или вертикальные сушилки. Предпочтительно, способ следует осуществлять при температуре меньше 70°C, предпочтительней - меньше 60°C, например при 40°C. Рабочее давление для удаления воды в качестве растворителя

должно быть меньше 30 кПа (300 мбар), предпочтительно - меньше 20 кПа (200 мбар).

После удаления растворителя получают продукт, содержащий более 15 мас.% растворенных твердых веществ, предпочтительно больше 25 мас.% растворенных твердых веществ, например от 45 до 65 мас.% растворенных твердых веществ. Общее содержание полифенолов какао в полученном концентрате бобов какао обычно составляет по меньшей мере 10 мас.%, предпочтительней - по меньшей мере 30 мас.% от общего содержания растворенных твердых веществ.

Концентрат полифенолов какао, полученный на стадии (д), находится в жидкой форме. Для некоторых путей применения может быть предпочтительно, чтобы концентрат полифенолов какао находился в форме порошка. Таким образом, предложенный в изобретении способ может включать конечную стадию сушки с получением порошкообразного концентрата полифенолов какао. Полученный порошок предпочтительно имеет конечное содержание влаги меньше 6 мас.%, предпочтительнее - меньше 3 мас.%.

К подходящим сушильным аппаратам относятся вакуумная сушилка и сушилка с распылением. Когда используют вакуумную сушилку, в результате сушки получают твердые блоки.

Предпочтительно, эти блоки должны быть подвержены измельчению перед перемалыванием, чтобы уменьшить размер частиц при изготовлении порошка. Для измельчения может быть использована молотковая мельница или ножевая мельница. Для перемалывания может быть использована молотковая мельница, штифтовая мельница, классифицирующая-разделяющая мельница или комбинация мельниц. Окончательное распределение по размеру таково, что 99 об.% имеет размер частиц меньше или равный 300 мкм, предпочтительно 200 мкм, предпочтительней 100 мкм или, например, 75 мкм.

Когда используют сушилку с распылением, несколько стабилизаторов, например, гуаровая камедь, могут быть использованы в качестве носителя в процессе сушки. Конечный порошок предпочтительно должен содержать меньше 10 мас.% стабилизаторов, предпочтительно - меньше 3 мас.%, например, 1 мас.%.

Общая концентрация полифенолов какао в конечном порошке составляет по меньшей мере 10 мас.%, предпочтительно по меньшей мере 15 мас.%.

Предпочтительно не больше 5 мас.% от общего содержания полифенолов теряется на стадиях сушки и измельчения частиц.

Графические материалы.

Фиг.1 - приведен графический пример стадий (а)-(в);

Фиг.2 - приведен графический пример стадий (г) и (д);

Фиг.3 - показаны результаты статистического исследования необходимого времени и температуры стадии бланширования (а). Показано трехмерное поверхностное представление оцениваемых условий.

Фиг.4 - приведены дополнительные результаты статистического исследования стадии (а).

Фиг.5 - приведены результаты, полученные в статистическом исследовании условий стадии (а), в виде поверхностного контура

Настоящее изобретение далее проиллюстрировано с помощью примеров.

Примеры

Пример 1

Реакция ферментативного потемнения дает потемнение пищевых продуктов, обогащенных фенольными соединениями, во время их транспортировки, хранения и

обработки, причем в этих нежелательных реакциях в пищевых продуктах образуются соединения, ответственные за неприятные запахи и вкусы.

Задача заключается в инактивации полифенолоксидазы путем нагревания, конкретно путем термообработки в воде (бланширование), и в исследовании условий инактивации (взаимосвязь времени и температуры) с целью контроля реакции ферментативного потемнения, оцениваемого по изменению окрашивания (сенсорный анализ окрашивания).

Проведено девять исследований при трех разных комбинациях времени и температуры.

Исследовали следующие значения температуры: 75, 85 и 95°C; и время: 5, 10 и 15 минут. 1%-ный катекол использовали в качестве реагента для усиления потемнения. Затем измеряли потемнение для количественной оценки того, сколько времени и какой нагрев необходимы для оптимизации ингибирования реакции потемнения (меланоз) семян какао. Шкалу меланоза использовали для измерения уровня потемнения семян.

Процедура эксперимента:

Неочищенный материал: свежие неферментированные семена какао.

Аппаратура: Термозлемент
Секундомер
Нож из нержавеющей стали
Водяная баня с температурным контролем
Часовое стекло
Реагенты: Катекол 1%.

80 г какао погружали в 2 литра горячей воды и держали в водяной бане при указанных выше температуре и времени. Какао как можно быстрее охлаждали под краном. Семена какао помещали в часовое стекло и резали пополам ножом. Капли 1% катекола помещали на поверхность и наблюдали за цветом семян какао. Результаты регистрировали в соответствии с таблицей 1 (результаты приведены в таблице 2).

Шкала цвета, используемая для описания развития меланоза		Таблица 1
Шкала меланоза	Описание	
0	Отсутствие потемнения	
2	Слабое потемнение. Наблюдается у некоторых семян какао	
4	Слабое потемнение. Наблюдается у большинства семян какао.	
6	Умеренное потемнение. Наблюдается у большинства семян какао.	
8	Сильное потемнение. Наблюдается у большинства семян какао.	
10	Сильное потемнение. Абсолютно неприемлемо.	

Помещение семян в водяную баню вызывало снижение температуры на 10°C. Это обусловлено теплообменом между водой и семенами. Во всех случаях отсчет времени начинается с момента, когда температура семян сравнивается с заданной температурой воды.

Результаты инактивации ПФО				Таблица 2
Результаты бланширования				
Время/мин	5 мин	10 мин	15 мин	
Температура/°C	Меланоз	Меланоз	Меланоз	
75°C	6	6	8	
85°C	4	2	4	
95°C	0	2	4	

Как можно видеть по результатам, представленным в таблице 2, время и температура, при которых инактивация полифенолоксидазы была оптимальной, составили 95°C в течение 5 минут. В этих условиях наблюдали полное отсутствие меланоза или потемнения у семян какао.

В соответствии с результатами, представленными на Фиг.3-5, обнаружено, что изменение температуры ($p < 0,05$) оказывает гораздо больший эффект на уровень меланоза, чем изменение времени ($p > 0,05$). Наблюдается уменьшение влияния увеличения температуры на уровень меланоза вследствие инактивации полифенолоксидазы. Кроме того, уровень меланоза увеличивается с увеличением времени по причине реакций неферментативного потемнения или реакций Майяра, которые зависят от повышенных температур в течение длительных периодов времени. Таким образом, подтвержденная температурная обработка, необходимая для того, чтобы избежать меланоза или реакции потемнения, составляет 95°C в течение 5 минут. Более длительные периоды времени приводят к потемнению вследствие реакций Майяра. Для диапазона шкалы меланоза от 0 до 8 уровень развития меланоза при температуре 95°C в течение 5-7 минут составляет 0,8. Можно сделать заключение, что температурное воздействие продолжительностью 2 минуты не приведет к уровню потемнения больше 1 по шкале меланоза.

Пример 2. Солюбилизация полифенолов

25 г полупродукта сухих обезжиренных и неферментированных бобов какао, содержащих 2,31 г общих полифенолов (9,25 мас.%), сначала экстрагировали водой при соотношении 1:15 (какао:вода). Экстракцию осуществляли при температуре 30°C в течение 2,5 часов.

После первой экстракции смесь центрифугировали. Получали две фракции: жидкость и истощенные твердые вещества. Истощенные твердые вещества еще два раза подвергали вышеописанному процессу экстракции. Поддерживали те же самые условия за исключением того, что соотношение твердое вещество:растворитель в последних двух экстракциях составляло 1:10.

Результаты эксперимента приведены в таблице 3.

Результаты солюбилизации полифенолов какао					Таблица 3
	Полифенолы, извлеченные в способе (мас.%)	Объем центрифугируемого раствора (мл)	Общее количество твердых веществ (г)	Общее количество полифенолов (г)	
Экстракция I	49,11	335	4,55	1,13	
Экстракция II	18,51	126	0,86	0,186	
Экстракция III	13,46	133	0,43	0,104	
Итого	81,08	594	5,84	1,42	

По результатам, представленным в таблице 3, видно, что после третьей экстракции 81,08% полифенолов извлечено в раствор. Получают 594 мл раствора, из которых 5,84 г представляют собой суммарное количество твердых веществ (0,98 мас.%), и 1,42 г представляют собой суммарное количество полифенолов. Суммарное количество полифенолов составляет 24,27% от суммарного количества твердых веществ в растворе.

Пример 3

Неферментированные свежие бобы какао содержат в среднем 50 мас.% влаги, 24 мас.% жира, 3,5 мас.% общих полифенолов, 7,8 мас.% шелухи и 14,7 мас.% других

соединений.

1000 кг свежих неферментированных бобов какао бланшировали в горячей воде при 95°C в течение 7 минут для дезактивации фермента ПФО. После бланширования бобы промывали холодной водой. Затем бобы с содержанием влаги 44 мас.% сушили на солнце в течение недели для уменьшения содержания влаги до 6 мас.%. После сушки получали 532 кг сухих неферментированных бобов какао с существенно уменьшенной и/или инактивированной активностью ПФО. Этот промежуточный продукт содержал 6,57% полифенолов.

На следующей стадии сухие бобы измельчали расщеплением и последующим перемалыванием. Расщепление осуществляли с помощью молотковой мельницы с получением кусочков. После расщепления кусочки перемалывали в криогенной штифтовой мельнице с использованием азота в качестве замораживающей среды, чтобы избежать плавления жира. Во время криогенного перемалывания промежуточный продукт замораживали при -5°C. По окончании измельчения 99 мас.% частиц имело размер меньше 150 мкм.

Порошок неферментированного какао обезжиривали для того, чтобы способствовать растворению на следующих операциях. Для обезжиривания использовали систему экстракции сверхкритическим CO₂. После экстракции получали 295 кг полупродукта неферментированных обезжиренных бобов какао. Этот промежуточный продукт содержал 11,86% общих полифенолов и 1% жира. Кроме того, получали 237 кг масла какао. Это масло пригодно для потребления человеком.

Для экстракции полифенолов путем солюбилизации 295 кг неферментированного обезжиренного порошка смешивают с 4425 кг воды (1:15) для первой экстракции. Смесь экстрагируют в реакторе при встряхивании при 35°C в течение 2,5 часов. В этой экстракции 60% исходных полифенолов перешли в раствор. После экстракции твердые вещества отделяли с использованием декантатора и последующим центрифугированием. Получали две фракции. Жидкая фракция массой 4291 кг содержала растворенные твердые вещества (РТВ) суммарно в количестве 1,88% (80,76 кг), из которых 26% составляли полифенолы (21 кг). Эту фракцию называют «первым раствором». Другая фракция приготовлена из 428,48 кг полуистощенных твердых веществ, содержащих 50% влаги. Истощенные твердые вещества содержат 40% полифенолов, присутствовавших в неферментированных бобах какао. 428,48 кг истощенных твердых веществ (50% твердых веществ) подвергли второй стадии экстракции с использованием 1713,92 кг воды (1:10) в тех же самых условиях, что и для вышеописанной экстракции. Как и в вышеописанной операции, получали две фракции. Жидкая фракция массой 1760,58 кг содержала суммарно 1,32% растворенных твердых веществ (23,33 кг), из которых 30% представляли собой полифенолы (7 кг). Эту фракцию называют «вторым раствором». Другая фракция содержит 381,82 кг истощенных твердых веществ, 50% которых представляют собой влагу. Истощенные твердые вещества содержали 7 кг полифенолов, которые, если желательно, могут быть растворены для последующих экстракций.

На следующей стадии растворы, полученные в результате первой и второй экстракции, смешивали вместе в промежуточном резервуаре. Смесь обоих растворов составляет 6052,1 кг и содержит содержащих суммарно 1,71% растворенных твердых веществ (104,1 кг), из которых 26,9% представляют собой полифенолы (28 кг).

Затем раствор пропускали через мембрану для ультрафильтрации для удаления более крупных частиц (т.е. белков, углеводов и т.д.). Используемая мембрана

имела проницаемость для веществ с молекулярной массой не более 10000 Дальтон. После ультрафильтрации получали две фракции: удерживаемый материал и прошедший материал. Удерживаемый материал имел массу 605,21 кг и содержал растворенные твердые вещества в суммарном количестве 6,21% (37,6 кг), из которых 3,72% составляли полифенолы (1,4 кг). Прошедший материал имел массу 5446,21 кг в растворе, содержащем растворенные твердые вещества в суммарном количестве 1,22% (66,5 кг), из которых 40% представляли собой полифенолы (26,6 кг).

Следующей осуществляли стадию нанофильтрации для концентрирования общего количества растворенных твердых веществ и для частичного удаления солей. 5446,21 кг материала, прошедшего через мембрану при ультрафильтрации, пропускали через фильтр для нанофильтрации. Как в вышеописанном процессе мембранного разделения, получали две фракции. Прошедший материал имел массу 4851,89 кг и содержал, суммарно, 0,14% растворенных твердых веществ (7 кг), которые в основном представляли собой растворенные соли. Обогащенный удерживаемый материал имел массу 595 кг и содержал, суммарно, 10% растворенных твердых веществ (59,5 кг), из которых 44,7% представляли собой полифенолы (26,6 кг).

На следующей стадии 595 кг прошедшего при НФ через мембрану материала концентрировали с использованием вертикальной вакуумной сушилки при 55°C и 30 кПа (300 мбар). В процессе сушки было удалено 495,04 кг воды. Получали, наконец, 99,16 кг жидкого концентрата полифенолов какао, содержащего растворенные твердые вещества в суммарном количестве 60% (59,5 кг). Этот продукт содержал 26,82% полифенолов (26,6 кг).

Жидкий концентрат полифенолов какао может быть дополнительно высушен до порошка. Для этой цели 99,16 кг жидкого концентрата полифенолов смешивали с 5 кг гуаровой камеди. Смесь затем пропускали через распылительную сушилку. Наконец, получали 67,1 кг концентрата полифенолов какао в виде порошка, содержащего 4% влаги и 39,64% полифенолов.

Формула изобретения

1. Способ получения концентрата полифенолов какао, при котором:

а) неферментированные бобы какао подвергают бланшированию в воде при температуре 85-100°C в течение 3-15 мин, с получением неферментированных бобов какао, имеющих уменьшенную активность полифенолоксидазы;

б) неферментированные бобы какао с уменьшенной активностью полифенолоксидазы сушат при температуре меньше 85°C с получением сухих неферментированных бобов какао, имеющих содержание влаги не более 15 мас.%;

в) измельчают сухие неферментированные бобы какао с получением полупродукта из сухих неферментированных бобов какао, причем по меньшей мере 99 мас.% полупродукта имеет размер частиц меньше или равный 300 мкм;

г) экстрагируют полифенолы из полупродукта, полученного из сухих неферментированных бобов какао, с получением экстракта полифенолов какао и экстрагированных твердых веществ;

д) концентрируют экстракт полифенолов какао с получением концентрата полифенолов какао, в котором полифенолы присутствуют в концентрации по меньшей мере 10 мас.%;

причем в данном способе дополнительно осуществляют стадию обезжиривания до стадии (г).

2. Способ по п.1, где после стадии (б), но до стадии (в) осуществляют стадию

обезжиривания.

3. Способ по п.1, где стадию обезжиривания осуществляют после стадии (в), но до стадии (г).

4. Способ по п.2 или 3, при котором на стадии обезжиривания высушенные неферментированные бобы какао или полупродукт из бобов какао прессуют с получением жмыха, а также жира, который удаляют.

5. Способ по п.4, при котором прессование осуществляют с использованием шнекового пресса при давлении приблизительно 50 МПа.

6. Способ по п.4, при котором полученный жмых подвергают стадии измельчения, на которой размер частиц уменьшают до значения, меньшего или равного 5000 мкм.

7. Способ по п.2 или 3, при котором на стадии обезжиривания осуществляют экстракцию сверхкритическим CO₂.

8. Способ по п.1, при котором на стадии измельчения сухие неферментированные бобы какао перемалывают.

9. Способ по п.8, где на стадии измельчения сухие неферментированные бобы какао перемалывают с помощью криогенной мельницы.

10. Способ по п.1, где на стадии измельчения сухие неферментированные бобы какао перемалывают с помощью мельницы-сепаратора.

11. Способ по п.10, где стадия перемалывания включает этап окончательной сортировки с получением полупродукта из сухих неферментированных бобов какао, по меньшей мере 99 мас.% которого имеет размер частиц меньше или равный 120 мкм.

12. Способ по п.1, при котором на стадии (г) полифенолы экстрагируют с помощью растворителя.

13. Способ по п.12, где растворитель представляет собой воду или этанол либо их смесь.

14. Способ по п.12 или 13, где соотношение полупродукта из сухих неферментированных бобов какао и растворителя по массе составляет от 1:5 до 1:30, экстракцию осуществляют при температуре не выше 75°C и во время экстракции осуществляют непрерывное перемешивание.

15. Способ по п.1, при котором на стадии (г) полифенолы экстрагируют путем центрифугирования или фильтрации.

16. Способ по п.1, где стадия (г) включает этап предварительной солюбилизации.

17. Способ по п.16, где экстракт полифенолов какао, полученный на стадии (г), подвергают дополнительной экстракции.

18. Способ по п.17, где дополнительная экстракция включает центрифугирование или микрофильтрацию.

19. Способ по п.1, при котором на стадии (д) экстракт полифенолов какао концентрируют путем ультрафильтрации с получением фильтрата, содержащего полифенолы какао.

20. Способ по п.19, где на стадии (д) после ультрафильтрации дополнительно осуществляют нанофильтрацию с получением ретентата, содержащего полифенолы.

21. Способ по п.1, где на стадии (д) экстракт полифенолов какао концентрируют путем вакуумного выпаривания.

22. Способ по п.19 или 20, где фильтрат и/или ретентат, содержащие полифенолы какао, дополнительно концентрируют путем вакуумного выпаривания.

23. Способ по п.1, при котором дополнительно осуществляют конечную стадию сушки концентрата полифенолов какао с получением концентрата полифенолов какао в виде порошка.

24. Способ по п.23, при котором концентрат полифенолов какао сушат с использованием вакуумной сушилки или распылительной сушилки.

25. Способ по п.1, при котором осуществляют дополнительную стадию расщепления и провеивания после стадии (б), но до стадии (в).

26. Способ по п.1, где на стадии (б) неферментированные бобы какао с уменьшенной активностью полифенолоксидазы сушат под солнцем.

27. Способ по п.1, где на стадии (б) неферментированные бобы какао с уменьшенной активностью полифенолоксидазы сушат с использованием сушилки с подогревом воздуха, сушилки без подогрева воздуха, промышленной зерносушилки, сушилки периодического действия с кипящим слоем, под вакуумом или с помощью диэлектрической сушилки.

28. Способ получения жмыха бобов какао, который включает стадии:

а) нагревания неферментированных свежих бобов какао, имеющих содержание влаги 45-55%, в воде при температуре 85-100°C в течение 3-15 мин, чтобы получить подогретые неферментированные бобы какао с уменьшенной активностью полифенолоксидазы;

б) высушивания полученных подогретых неферментированных бобов какао с уменьшенной активностью полифенолоксидазы со стадии а) при температуре менее 85°C, чтобы получить высушенные неферментированные бобы какао с содержанием влаги 6-15 мас.%;

в) расщепления и провеивания полученных высушенных бобов какао со стадии б), чтобы удалить шелуху и получить дробленые бобы какао;

г) обезжиривания дробленых бобов какао со стадии в), чтобы получить жмых с содержанием жира менее чем 15%.

29. Способ по п.28, дополнительно включающий стадию д) измельчения обезжиренного жмыха, полученного на стадии г), чтобы получить продукт неферментированных бобов какао, где по меньшей мере 99 мас.% полупродукта имеет размер частиц менее 5000 мкм.

30. Способ по п.28 или 29, при котором высушивание подогретых неферментированных бобов какао осуществляют на солнце, чтобы получить высушенные неферментированные бобы какао с содержанием влаги 7-8 мас.%.

31. Способ по п.28 или 29, при котором высушивание осуществляют с использованием установки для сушки нагретым воздухом.

32. Способ по п.28, при котором высушивание осуществляют при температуре менее 70°C.

33. Способ по п.28, при котором высушивание осуществляют при температуре менее 50°C.

34. Способ по п.28, при котором обезжиривание осуществляют при температуре менее 85°C.

35. Способ по п.28, при котором обезжиривание осуществляют для того, чтобы получить жмых с содержанием жира 10 мас.%.

36. Жмых бобов какао, получаемый способом по п.28, где содержание полифенолов в жмыхе составляет 5-15 мас.%.

37. Способ по п.29, при котором измельчение обезжиренного жмыха, полученного на стадии д), осуществляют с помощью молотковой мельницы.

38. Способ по п.29, при котором измельчение осуществляют так, чтобы получить полупродукт неферментированных бобов какао, где по меньшей мере 99 мас.% полупродукта имеет размер частиц менее 300 мкм.

39. Способ по п.38, при котором измельчение осуществляют так, чтобы получить полупродукт неферментированных бобов какао, где по меньшей мере 99 мас.% полупродукта имеет размер частиц менее 100 мкм.

5 40. Способ по п.39, при котором измельчение осуществляют так, чтобы получить полупродукт неферментированных бобов какао, где по меньшей мере 99 мас.% полупродукта имеет размер частиц менее 80 мкм.

41. Полупродукт бобов какао, получаемый способом по п.29, где содержание полифенолов в полупродукте какао находится в диапазоне 5-23 мас.%.

10 42. Способ по п.28, при котором обезжиривание на стадии г) осуществляют с использованием шнекового пресса при температуре менее 85°C.

15

20

25

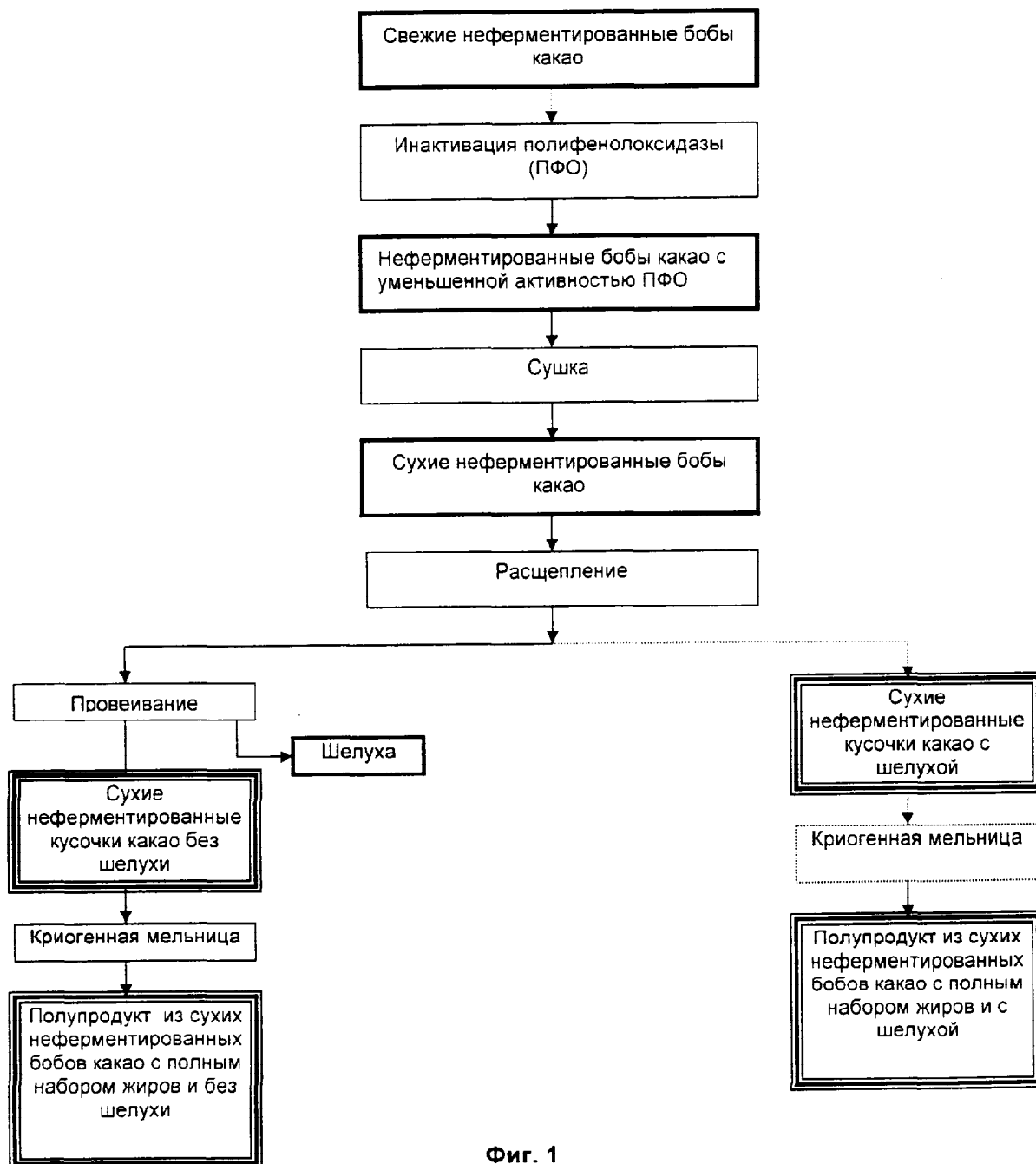
30

35

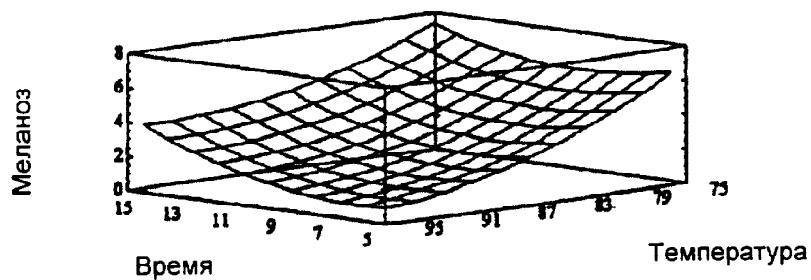
40

45

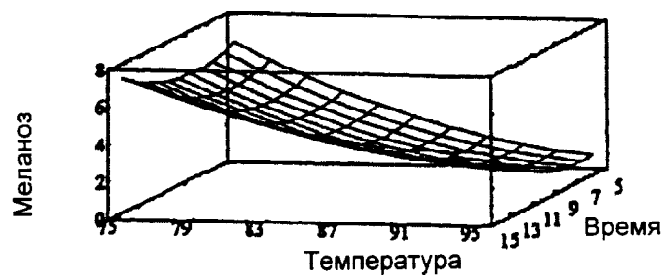
50



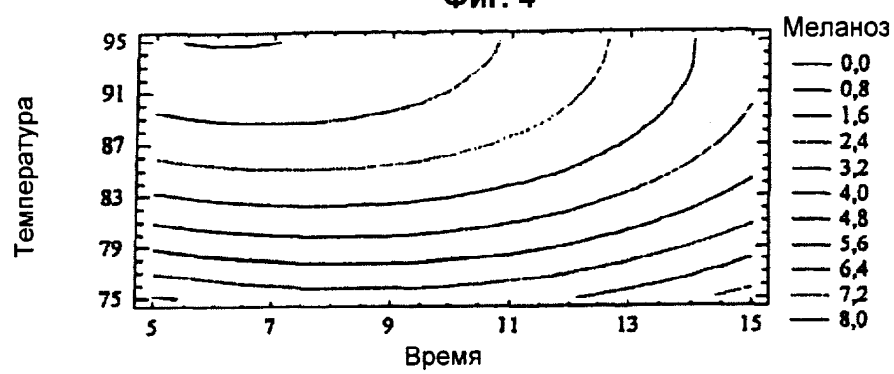
Фиг. 1



Фиг. 3



Фиг. 4



Фиг. 5