

(19)



URZĄD
PATENTOWY
RZECZYPOSPOLITEJ
POLSKIEJ

(10)

PL 243725 B1

(12)

Opis patentowy

(21) Numer zgłoszenia: **434481**

(22) Data zgłoszenia: **2020.06.26**

(43) Data publikacji o zgłoszeniu: **2021.12.27 BUP 39/2021**

(45) Data publikacji o udzieleniu patentu: **2023.10.02 WUP 40/2023**

(51) MKP:

A23F 5/02 (2006.01)

A23F 5/24 (2006.01)

A23F 5/48 (2006.01)

A23D 9/04 (2006.01)

(73) Uprawniony z patentu:

**GRUPAMEDIAM.PL SPÓŁKA Z OGRANICZONĄ
ODPOWIEDZIALNOŚCIĄ, Łódź, PL**

(72) Twórca(-y) wynalazku:

IZABELA CIELECKA, Łódź, PL

TOMASZ GITNER, Łódź, PL

BARTŁOMIEJ KOŹNIEWSKI, Podkamins, PL

KATARZYNA WIŚNIEWSKA, Pabianice, PL

(74) Pełnomocnik:

Joanna Dziubińska, Łódź, PL

(54) Tytuł:

**Sposób przygotowania ekstraktu z kawy przy równoległym procesie otrzymywania oleju
z kawy zielonej**

PL 243725 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób przygotowania ekstraktu z kawy przy równoległym procesie otrzymywania oleju z kawy zielonej, w którym kawa posiada wysokie stężenie kwasów chlorogenowych, obniżoną zawartość kofeiny i wydłużony okres przechowywania przy równoległym procesie otrzymywania pobocznego produktu w formie oleju z kawy zielonej do wykorzystania w przemyśle spożywczym.

Znane są różnego rodzaju metody przygotowania zielonej kawy do ekstrakcji, ekstrakcji właściwej, a także metody doczyszczania kwasów chlorogenowych zawartych w tych ekstraktach. Znany jest sposób przygotowania ziaren zielonej kawy do ekstrakcji poprzez ich zamrożenie w ciekłym azocie i liofilizację. Znane są również sposoby, w których ekstrakcję kawy prowadzi się stosując jako medium ekstrakcyjne gorącą wodę; alkohole lub ich wodne roztwory. Ekstrakcję prowadzi się poprzez zaparzenie, macerację, mieszanie w rozpuszczalniku, a następnie usunięcie materiału ekstrahowanego przez filtrację lub wirowanie. Znane są również sposoby oczyszczania kwasów chlorogenowych poprzez związanie kwasów chlorogenowych na węglu aktywnym i następnie ich desorpcję rozpuszczalnikami organicznymi oraz sposoby wykorzystujące ekstrakcję kwasów chlorogenowych do fazy organicznej z płynnego ekstraktu w polarnym rozpuszczalniku.

Z opisu patentowego nr KR102088187 znany jest sposób otrzymywania ekstraktu z zielonej kawy w postaci sproszkowanej, o zwiększonej rozpuszczalności i stabilności przy przechowywaniu. Według metody sproszkowany ekstrakt z zielonej kawy otrzymuje się poprzez zmieszanie ekstraktu z zielonej kawy w ilości 85–95% z polisacharydami pozyskanymi z zielonej kawy w ilości 5–15%, następnie homogenizację mieszaniny i jej suszenie rozpyłowe. Suszenie rozpyłowe według wynalazku prowadzi się przy prędkości wlotowej 5–10 ml/minutę, z zachowaniem temperatury wlotowej w zakresie 130–170°C i temperatury wylotowej w zakresie 80–120°C oraz przy prędkości obrotowej dysku w tempie 13000–17000 rpm. Według ujawnionej metody, ekstrakt z kawy zielonej pozyskuje się ze sproszkowanych ziaren kawy zielonej stosując ekstrakcję wodą, niskimi alkoholami o długości łańcucha od C1 do C4 lub ich mieszaniną. Po procesie ekstrakt filtruje się. Ponadto, polisacharydy z zielonej kawy pozyskuje się poprzez ogrzewanie sproszkowanych ziaren kawy zielonej w obecności wody, pod chłodnicą zwrotną, w temperaturze 80–120°C, w czasie 2–6 godzin. Kolejno, uzyskany ekstrakt zatęża się, dodaje się etanol i miesza w czasie 12–36 godzin i następnie wiruje przy 2000–4000 rpm, w czasie 10–30 minut. Otrzymany osad stanowi polisacharydy z zielonej kawy. Sproszkowany ekstrakt z zielonej kawy, otrzymywany zgodnie ze sposobem zawiera kwasy chlorogenowe o stężeniu 4,20–13,10 g/100 g, charakteryzuje się zwiększoną rozpuszczalnością i stabilnością przy przechowywaniu oraz znajduje zastosowanie jako dodatek funkcjonalny do żywności o działaniu zapobiegającym otyłości.

Z patentu europejskiego nr EP2512260 znana jest metoda wytwarzania ekstraktu z nieprażonego ziarna kawy, w której ziarna kawy poddaje się działaniu podwyższonych temperatur i następnie procesowi ekstrakcji. Obróbka cieplna według wynalazku jest prowadzona w dowolny sposób, korzystnie poprzez kontaktowanie z parą wodną, przy czym wilgotność ziaren utrzymuje się na poziomie 6–20%, temperatura obróbki jest na poziomie 100–180°C, a czas trwania procesu jest nie krótszy niż 5 minut. Nieprażone ziarna kawy poddaje się mieleniu przed lub po obróbce cieplnej. Następnie prowadzi się proces ekstrakcji z zastosowaniem wodnej cieczy, co skutkuje pozyskaniem ekstraktów o zawartości kwasów chlorogenowych o stężeniu 4,57–10,82% początkowej masy kawy użytej do ekstrakcji. Uzyskany ekstrakt suszy się. Suchy ekstrakt znajduje zastosowanie w kompozycjach żywnościowych i napojach.

Z patentu europejskiego nr EP3231297 znana jest metoda otrzymywania preparatów z nieprażonego ziarna kawy, w której ekstrakt z kawy zielonej uzyskuje się poprzez poddanie mielonych ziaren zielonej kawy działaniu pary wodnej w temperaturze 90–120°C, w czasie 20–60 minut, kolejno wystudzeniu i odtłuszczeniu z zastosowaniem chloroformu, octanu etylu lub dichlorometanu, w temperaturze 10–30°C, w czasie 4–12 godzin. Następnie rozpuszczalnik usuwa się pod zmniejszonym ciśnieniem i mielone ziarna przemywa porcją rozpuszczalnika. Następnie mielone ziarna zielonej kawy poddaje się działaniu pary wodnej w temperaturze 90–120°C, w czasie 20–80 minut i ekstrahuje z zastosowaniem mieszaniny wody i alkoholu, wybranego spośród metanolu, etanolu, n-propanolu oraz izopropanolu, w stosunku od 1:1 do 98:2, w ilości 3–10 ml na gram ziarna oraz z dodatkiem kwasu siarkowego w ilości pozwalającej na uzyskanie pH 1–4, w temperaturze wrzenia, w czasie 2–6 godzin. Po procesie mieszaninę ekstrakcyjną studzi się i filtruje pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywając na koniec zmielone ziarno zielonej kawy porcją mieszaniny wody z alkoholem. Ekstrakt zobojętnia się wodorotlenkiem wapnia lub wodorotlenkiem magnezu do pH 6,5–7,5 i ponownie filtruje, a następnie zatęża do 5–25%

wejściowej objętości i suszy. Suchy ekstrakt zawiera kwasy chlorogenowe, których czystość chromatograficzna jest na poziomie 95,7–98,7%.

W sposobie według wynalazku ekstrakcja kwasów chlorogenowych poprzedzona jest obróbką ziarna kawy polegającą na tłoczeniu oleju metodą na zimno i krótkim paleniu wytlóków po tłoczeniu. Proces dekofeinowania rozszerzony jest o wymianę rozpuszczalnika w trakcie inkubacji. W sposobie tym doczyszczanie ekstraktu z kawy następuje poprzez zastosowanie sekwencji czynności obejmującej: odparowanie rozpuszczalnika po ekstrakcji i odtworzenie pierwotnej objętości wodą, inkubacja, filtrowanie, odparowanie do sucha, zalanie rozpuszczalnikiem lub alkoholem suchego ekstraktu, inkubacja, filtracja, odparowanie do sucha i finalnie rozpuszczenie doczyszczanego ekstraktu w małej ilości wody.

Istota wynalazku polega na tym, że nieprażone ziarno kawy rozdrabnia się i poddaje procesowi tłoczenia, a po tłoczeniu surowy olej wiruje się do uzyskania klarownego oleju, zaś wytlóki kawy po tłoczeniu rozdrabnia się do wielkości cząstek 1–2 mm i poddaje paleniu w temperaturze 180–220°C, w czasie 5–8 minut i ekstrahuje w znany sposób; przy czym kawę zalewa się rozpuszczalnikiem, korzystnie chloroformem w ilości 5 ml – 20 ml na każdy 1 gram kawy i inkubuje w temperaturze 20–35°C przez 4–12 h, po czym usuwa się rozpuszczalnik pod próżnią, kawę ponownie zalewa chloroformem w ilości 5 ml – 20 ml na każdy 1 gram kawy i dalej inkubuje w temperaturze 20–35°C przez 8–20 h, po czym rozpuszczalnik ponownie usuwa się, a ziarno kawy przemywa chloroformem w ilości 1–3 ml na 1 gram kawy; zaś ziarno kawy poddaje się działaniu pary wodnej o temperaturze 80–120°C, w czasie 30–60 minut, po czym studzi i zalewa kwaśną mieszaniną rozpuszczalników alkohol/woda w stosunku do wody od 60/40 do 70/30, w ilości 10–40 ml na każdy gram kawy, przy, przy czym alkohol wybiera się spośród etanolu, izopropanolu i izobutanolu; ekstrahuje się w temperaturze 20–50°C, w czasie 1–3 h, filtruje pod próżnią oddzielając ekstrakt od ziarna kawy, przy czym ziarno kawy przemywa się mieszaniną alkohol/woda i kolejno ekstrakt poddaje się procesowi usunięcia alkoholu poprzez odparowanie na wyparce rotacyjnej w temperaturze 40–50°C, uzupełnia wodą demineralizowaną do pierwotnej objętości ekstraktu tj. do objętości 10–40 ml na gram kawy użytej do ekstrakcji i inkubuje w temperaturze 3–8°C, po czym wodny ekstrakt filtruje się pod próżnią i filtrat odparowuje do sucha, zalewa alkoholem i ponownie inkubuje przez 14 h – 72 h; przy czym po zakończeniu procesu inkubacji, ekstrakt w alkoholu filtruje się pod próżnią i filtrat odparowuje do sucha i doczyszczony suchy ekstrakt rozpuszcza małej ilości wody, korzystnie w ilości 0,1 ml – 0,8 ml na gram użytej kawy.

Sposób według wynalazku, polega na wytlóczeniu oleju z nieprażonego całego lub rozdrobnionego ziarna kawy, w warunkach zapewniających wysoką jakość tłoczonego oleju, następnie zmieleniu wytlóków kawowych i poddanie ich procesowi krótkotrwałego palenia w celu zwiększenia podatności kawy na ekstrakcję związków aktywnych. Po wy studzeniu, krótkopalone wytlóki kawy mieli się do odpowiedniej wielkości cząstek i poddaje obróbce cieplnej w kontakcie z parą wodną, w celu rozluźnienia struktury kawy, po czym poddaje się usunięciu wosków, pozostałości substancji oleistych oraz częściowo kofeiny, stosując rozpuszczalnik organiczny. Zgodnie z metodą, rozpuszczalnik wymienia się po określonym czasie (korzystnie po 4–12 godzinach) i stosuje się ponownie tą samą ilość rozpuszczalnika (tj. 5 ml – 20 ml na każdy 1 gram kawy) i ponownie inkubuje, zwiększając w ten sposób stopień doczyszczania cząstek kawy z substancji pobocznych. Po usunięciu rozpuszczalnika, kawę przemywa się rozpuszczalnikiem i poddaje obróbce cieplnej w kontakcie z parą wodną, co pozwala na usunięcie pozostałości rozpuszczalnika ze struktury kawy oraz rozluźnienie struktury przed ekstrakcją kwasów chlorogenowych. Ekstrakcję prowadzi się w znany sposób, stosując jako ekstrahent kwaśną mieszaninę alkoholu z wodą, w warunkach mieszanych bądź wstrząsanych. Po zakończeniu procesu ekstrakcji, ekstrakt z kawą rozdziela się poprzez filtrację, stosując przemycie cząstek kawy dodatkową porcją mieszaniny alkohol/woda (tj. w ilości 2–10 ml na każdy 1 gram kawy) i zachowuje filtrat do dalszej obróbki. Następnie alkohol usuwa się w warunkach obniżonego ciśnienia, a ekstrakt w wodzie odparowuje się do sucha lub uzupełnia wodą do pierwotnej objętości ekstraktu. Ekstrakt, który był uzupełniony wodą inkubuje się przez określony czas i kolejno filtruje, w celu usunięcia związków nierozpuszczalnych w wodzie, po czym suszy. Suchy ekstrakt, niezależnie od wariantu obróbki, zalewa się porcją rozpuszczalnika organicznego lub alkoholu i wytrząsa, co pozwala na oddzielenie związków pobocznych, w tym białkowych i cukrowych od związków aktywnych, jakimi są kwasy chlorogenowe. Związki poboczne pozostają w formie nierozpuszczalnej zawiesiny w ekstrakcie i oddziela się je poprzez filtrację od ekstraktu. Rozpuszczalnik organiczny lub alkohol, użyty do rozpuszczenia kwasów chlorogenowych odparowuje się na wyparce rotacyjnej i osad rozpuszcza się niewielkiej ilości wody. Wodny ekstrakt zawiera wysokie stężenie kwasów chlorogenowych na poziomie 42,67–172,5 g/l oraz jest stabilny w długim czasie przechowywania.

Sposób według wynalazku polega na tym, że nieprażone ziarno kawy, korzystnie rozdrobnione, przed procesem ekstrakcji, poddaje się procesowi tłoczenia oleju metodą na zimno, stosując ogólne znane urządzenia do tłoczenia oleju nie powodujące przegrzania oleju powyżej temperatury 80°. Wytłoczony olej charakteryzuje się doskonałymi właściwościami kosmetycznymi i może być z powodzeniem stosowany do produkcji formuł kosmetycznych lub w gabinetach kosmetycznych w zabiegach upiększających. Wydajność tłoczenia oleju waha się w zakresie 1,50–4,00%. Wytłoki z kawy zielonej rozdrabnia się do cząstek o średnicy 2–5 mm i kolejno poddaje działaniu temperatury 180–220°C w czasie 5–8 minut. Po ostudzeniu kawę krótkopaloną mieli się do wielkości drobin nie większej niż 1,5 mm. Następnie kawę poddaje się działaniu pary wodnej o temperaturze 80–120°C, w czasie 30–60 minut i studzi. Wystudzoną kawę zalewa się rozpuszczalnikiem organicznym w ilości 5 ml – 20 ml na każdy 1 gram kawy w celu usunięcia wosków i pozostałości oleju, przy czym rozpuszczalnik organiczny wybiera się spośród chloroformu i chlorku metylenu, korzystnie stosuje się chloroform. Mieszaninę kawy i rozpuszczalnika inkubuje się w temperaturze 20–35°C, przez 4–12 godzin w ciemności, po czym wymienia się rozpuszczalnik poprzez usunięcie pierwszej porcji rozpuszczalnika pod próżnią i zalanie kawy nową porcją rozpuszczalnika w ilości 5–20 ml na każdy 1 gram kawy. Następnie mieszaninę inkubuje się przez kolejne 8–20 godzin w warunkach analogicznych. Po tym czasie, rozpuszczalnik sączy się pod próżnią i kawę przemywa porcją rozpuszczalnika w ilości 1–3 ml na 1 gram kawy. Kawę po działaniu rozpuszczalnika poddaje się działaniu pary wodnej o temperaturze 80–120°C, w czasie 30–60 minut i studzi. Kawę po obróbce termicznej przenosi się do naczynia ekstrakcyjnego i zalewa kwaśną mieszaniną alkohol/woda, przy czym alkohol wybiera się spośród etanolu, izopropanolu i izobutanolu, korzystnie stosuje się izopropanol, w stosunku do wody od 60/40 do 70/30, w ilości 10–40 ml na każdy gram kawy. Środowisko ekstrakcji zakwasza się do pH w zakresie 2,18–3,50 z użyciem kwasu wybranego spośród kwasu solnego i kwasu siarkowego. Ekstrakcję prowadzi się w czasie 1–3 godzin, w temperaturze 20–50°C, w warunkach wstrząsanych przy 50–250 rpm, w ciemności. Po etapie ekstrakcji, mieszaninę filtruje się pod próżnią i przemywa kawę mieszaniną alkohol/woda w stosunku analogicznym dla mieszaniny użytej do ekstrakcji, w ilości 2–10 ml na każdy 1 gram kawy. Odciek stanowi ekstrakt z kawy zawierający kwasy chlorogenowe, który kolejno poddaje się procesowi usunięcia alkoholu poprzez odparowanie na wyparce rotacyjnej w temperaturze 40–50°C. Ekstrakt uzupełnia się wodą demineralizowaną lub odparowuje do sucha. Ekstrakt uzupełniony wodą inkubuje się przez 10–18 h w temperaturze 3–8°C i następnie filtruje, co skutkuje usunięciem związków nierozpuszczalnych w wodzie, a następnie odparowuje do sucha. Suchy ekstrakt w obu wariantach wytrząsa się z rozpuszczalnikiem wybranym spośród etanolu, izopropanolu i izobutanolu do czasu częściowego rozpuszczenia osadu. Tak przygotowaną mieszaninę inkubuje się przez 14–72 godziny w temperaturze 3–8°C lub w temperaturze pokojowej, w celu wytrącenia związków białkowych i cukrowych. Następnie, ekstrakt w rozpuszczalniku filtruje się pod próżnią i odparowuje rozpuszczalnik na wyparce rotacyjnej. Pozostały osad rozpuszcza się w wodzie. Otrzymany ekstrakt stanowi roztwór kwasów chlorogenowych o wysokim stężeniu, obniżonej zawartości kofeiny i podwyższonej stabilności przy przechowywaniu. Wydajność pozyskiwania kwasów chlorogenowych wynosi do 8,5% masy ziarna użytego do ekstrakcji.

Doczyszczony suchy ekstrakt rozpuszczono w wodzie w ilości 0,1 ml – 0,8 ml na gram użytej kawy, uzyskując stężenie kwasów chlorogenowych na poziomie 42,67–172,5 g/l oraz stężenie kofeiny na poziomie 0,41–2,68 g/l lub brak kofeiny.

Ekstrakt przechowywano w warunkach chłodniczych przez 1–4 miesiące. Po tym czasie zawartość kwasów chlorogenowych wynosiła 61,87–111,93 g/l.

Sposób według wynalazku przedstawiono w przykładach wykonania, które nie ograniczają wynalazku.

Przykład 1:

100 g nieprażonego ziarna kawy rozdrobniono do cząstek o wielkości 2–5 mm i poddano procesowi trzykrotnego tłoczenia z zastosowaniem prasy śrubowej. Po tłoczeniu surowy olej wirowano do uzyskania klarownego oleju w ilości 3,95 g. Wytłoki kawy po tłoczeniu rozdrobniono do wielkości cząstek 2–4 mm i poddano paleniu w temperaturze 220°C, w czasie 6 minut. Po ostudzeniu kawę zmielono do wielkości drobin nie przekraczającej 1,5 mm. Następnie kawę poddano działaniu pary wodnej o temperaturze 80°C, w czasie 30 minut i wystudowano. Kolejno, kawę zalano chloroformem w ilości 500 ml i inkubowano w temperaturze 30°C przez 8 h. Po tym czasie rozpuszczalnik usunięto pod próżnią i kawę zalano nową porcją chloroformu w ilości 500 ml i dalej inkubowano w 30°C, w czasie 15 h. Następnie, rozpuszczalnik usunięto, a ziarno kawy przemyto chloroformem w ilości 150 ml. Kolejno, ziarno poddano działaniu pary wodnej o temperaturze 100°C, w czasie 30 minut, po czym ziarno studzono i zalewano

mieszaniną rozpuszczalników, składającą się z wody i izopropanolu w stosunku 32:68, w ilości 1000 ml. Mieszaninę ekstrakcyjną zakwaszono do pH 2,84 stosując kwas siarkowy (VI). Ekstrakcję prowadzono w ciemności, warunkach wstrząsanych przy 200 rpm, w temperaturze 40°C, w czasie 3 h. Po zakończeniu ekstrakcji, mieszaninę filtrowano pod próżnią oddzielając ekstrakt od ziarna kawy, przy czym ziarno kawy przemyto 200 ml mieszaniny wody z izopropanolem w stosunku 32:68. Ekstrakt połączono z filtratem po przemyciu kawy uzyskując stężenie kwasów chlorogenowych na poziomie 7,65 g/l i odparowano izopropanol na wyparce rotacyjnej, w temperaturze 40°C. Wodny ekstrakt uzupełniono wodą demineralizowaną do objętości 1000 ml i inkubowano przez 18 h w temperaturze 4°C. Po inkubacji, wodny ekstrakt filtrowano pod próżnią i filtrat odparowano do sucha uzyskując 23,02 g suchego ekstraktu. Następnie suchy ekstrakt zalano etanolem w ilości 1000 ml i wytrząsano do momentu zawieszenia osadu w objętości rozpuszczalnika, a następnie inkubowano przez 18 h. Po zakończeniu inkubacji, ekstrakt w etanolu filtrowano pod próżnią i filtrat odparowano do sucha uzyskując 18,55 g doczyszczonego suchego ekstraktu. Doczyszczony suchy ekstrakt rozpuszczono w 50 ml wody, uzyskując stężenie kwasów chlorogenowych na poziomie 114,47 g/l oraz stężenie kofeiny na poziomie 1,24 g/l. Ekstrakt przechowywano w warunkach chłodniczych przez 4 miesiące. Po tym czasie zawartość kwasów chlorogenowych wynosiła 111,93 g/l.

Oil z zielonej kawy poddano analizie profilu kwasów tłuszczowych, zawartości witamin, kwasów chlorogenowych i kofeiny, oraz liczb charakterystycznych dla olejów. Profil kwasów tłuszczowych przedstawiał się następująco: kwas linolowy – 42,21%, kwas palmitynowy – 33,94%, oleinowy – 10,78%, kwas stearynowy – 7,01%, kwas arachidowy – 3,12% oraz kwas alfa-linolenowy 0,80%. Zawartość witaminy E wyznaczono na poziomie 11,9 mg/100 g oleju, kofeiny na poziomie 5,4 g/l oleju, a kwasów chlorogenowych na poziomie 36,8 mg/l oleju, w tym 3-CQA – 11,9 mg/l oleju. Liczba zmydlania wynosiła 194, liczba kwasowa – 7, liczba jodowa – 95 oraz liczba nadutlenkowa – 7,35.

Przykład 2:

25 g nieprażonego ziarna kawy rozdrobniono do cząstek o wielkości 2–5 mm i poddano procesowi trzykrotnego tłoczenia z zastosowaniem prasy śrubowej. Po tłoczeniu surowy olej wirowano do uzyskania klarownego oleju. Wydajność tłoczenia oleju wynosiła 1,65%. Wytloki kawy po tłoczeniu rozdrobniono do wielkości cząstek 2–4 mm i poddano paleniu w temperaturze 180°C, w czasie 8 minut. Po ostudzeniu kawę zmielono do wielkości drobin nie przekraczającej 1,5 mm. Następnie kawę poddano działaniu pary wodnej o temperaturze 100°C, w czasie 30 minut i wystudowano. Kolejno, kawę zalano chloroformem w ilości 125 ml i inkubowano w temperaturze 30°C przez 12 h. Po tym czasie rozpuszczalnik usunięto pod próżnią i kawę zalano nową porcją chloroformu w ilości 125 ml i dalej inkubowano w 30°C, w czasie 12 h. Następnie, rozpuszczalnik usunięto, a ziarno kawy przemyto chloroformem w ilości 38 ml. Kolejno, ziarno poddano działaniu pary wodnej o temperaturze 100°C, w czasie 60 minut, po czym ziarno studzono i zalewano mieszaniną rozpuszczalników, składającą się z wody i izopropanolu w stosunku 30:70, w ilości 250 ml. Mieszaninę ekstrakcyjną zakwaszono do pH 2,84 stosując kwas siarkowy (VI). Ekstrakcję prowadzono w ciemności, warunkach wstrząsanych przy 150 rpm, w temperaturze 40°C, w czasie 3 h. Po zakończeniu ekstrakcji, mieszaninę filtrowano pod próżnią oddzielając ekstrakt od ziarna kawy, przy czym ziarno kawy przemyto 50 ml mieszaniny wody z izopropanolem w stosunku 30:70. Ekstrakt połączono z filtratem po przemyciu kawy uzyskując stężenie kwasów chlorogenowych na poziomie 5,65 g/l i odparowano izopropanol na wyparce rotacyjnej, w temperaturze 50°C. Wodny ekstrakt uzupełniono wodą demineralizowaną do objętości 250 ml i inkubowano przez 16 – 18 h w temperaturze 4°C. Po inkubacji, wodny ekstrakt filtrowano pod próżnią i filtrat odparowano do sucha uzyskując 3,80 g suchego ekstraktu. Następnie suchy ekstrakt zalano etanolem w ilości 250 ml i wytrząsano do momentu zawieszenia osadu w objętości rozpuszczalnika, a następnie inkubowano przez 36 h. Po zakończeniu inkubacji, ekstrakt w etanolu filtrowano pod próżnią i filtrat odparowano do sucha uzyskując 3,07 g doczyszczonego suchego ekstraktu. Doczyszczony suchy ekstrakt rozpuszczono w 20 ml wody, uzyskując stężenie kwasów chlorogenowych na poziomie 63,23 g/l oraz stężenie kofeiny na poziomie 0,61 g/l. Ekstrakt przechowywano w warunkach chłodniczych przez 1 miesiąc. Po tym czasie zawartość kwasów chlorogenowych wynosiła 61,87 g/l.

Przykład 3:

25 g nieprażonego ziarna kawy rozdrobniono do cząstek o wielkości 2–5 mm i poddano procesowi trzykrotnego tłoczenia z zastosowaniem prasy śrubowej. Po tłoczeniu surowy olej wirowano do uzyskania klarownego oleju. Wydajność tłoczenia oleju wynosiła 3,81%. Wytloki kawy po tłoczeniu rozdrobniono do wielkości cząstek 2–4 mm i poddano paleniu w temperaturze 220°C, w czasie 6 minut. Po ostudzeniu kawę zmielono do wielkości drobin nie przekraczającej 1,5 mm. Następnie kawę poddano

działaniu pary wodnej o temperaturze 120°C, w czasie 40 minut i wystudowano. Kolejno, kawę zalano chlorkiem metylenu w ilości 125 ml i inkubowano w temperaturze 20°C przez 8 h. Po tym czasie rozpuszczalnik usunięto pod próżnią i kawę zalano nową porcją chlorku metylenu w ilości 125 ml i dalej inkubowano w 20°C, w czasie 20 godzin. Następnie, rozpuszczalnik usunięto, a ziarno kawy przemyto chlorkiem metylenu w ilości 40 ml. Kolejno, ziarno poddano działaniu pary wodnej o temperaturze 100°C, w czasie 40 minut, po czym ziarno studzono i zalewano mieszaniną rozpuszczalników, składającą się z wody i etanolu w stosunku 31,5:68,5 w ilości 250 ml. Mieszaninę ekstrakcyjną zakwaszono do pH 2,59 stosując kwas siarkowy (VI). Ekstrakcję prowadzono w ciemności, warunkach wstrząsanych przy 50 rpm, w temperaturze 34°C, w czasie 3 h. Po zakończeniu ekstrakcji, mieszaninę filtrowano pod próżnią oddzielając ekstrakt od ziarna kawy, przy czym ziarno kawy przemyto 50 ml mieszaniny wody z etanolem w stosunku 31,5:68,5. Ekstrakt połączono z filtrem po przemyciu kawy uzyskując stężenie kwasów chlorogenowych na poziomie 7,89 g/l i odparowano etanol na wyparce rotacyjnej, w temperaturze 40°C. Wodny ekstrakt uzupełniono wodą demineralizowaną do objętości 250 ml i inkubowano przez 10 h w temperaturze 4°C. Po inkubacji, wodny ekstrakt filtrowano pod próżnią i filtrat odparowano do sucha uzyskując 5,44 g suchego ekstraktu. Następnie suchy ekstrakt zalano etanolem w ilości 250 ml i wytrząsano do momentu zawieszenia osadu w objętości rozpuszczalnika, a następnie inkubowano przez 14 h. Po zakończeniu inkubacji, ekstrakt w etanolu filtrowano pod próżnią i filtrat odparowano do sucha uzyskując 4,38 g doczyszczzonego suchego ekstraktu. Doczyszczony suchy ekstrakt rozpuszczono w 10 ml wody, uzyskując stężenie kwasów chlorogenowych na poziomie 172,5 g/l oraz stężenie kofeiny na poziomie 2,68 g/l.

Przykład 4:

25 g nieprażonego ziarna kawy rozdrobniono do cząstek o wielkości 2–5 mm i poddano procesowi trzykrotnego tłoczenia z zastosowaniem prasy śrubowej. Po tłoczeniu surowy olej wirowano do uzyskania klarownego oleju. Wydajność tłoczenia oleju wynosiła 3,27%. Wytłoki kawy po tłoczeniu rozdrobniono do wielkości cząstek 2–4 mm i poddano paleniu w temperaturze 200°C, w czasie 8 minut. Po ostudzeniu kawę zmielono do wielkości drobin nie przekraczającej 1,5 mm. Następnie kawę poddano działaniu pary wodnej o temperaturze 100°C, w czasie 30 minut i wystudowano. Kolejno, kawę zalano chloroformem w ilości 125 ml i inkubowano w temperaturze 30°C przez 10 h. Po tym czasie rozpuszczalnik usunięto pod próżnią i kawę zalano nową porcją chloroformu w ilości 125 ml i dalej inkubowano w 30°C, w czasie 14 h. Następnie, rozpuszczalnik usunięto, a ziarno kawy przemyto chloroformem w ilości 37,5 ml. Kolejno, ziarno poddano działaniu pary wodnej o temperaturze 100°C, w czasie 30 minut, po czym ziarno studzono i zalewano mieszaniną rozpuszczalników, składającą się z wody i izobutanolu w stosunku 35:65 w ilości 250 ml. Mieszaninę ekstrakcyjną zakwaszono do pH 2,18 stosując kwas siarkowy (VI). Ekstrakcję prowadzono w ciemności, warunkach wstrząsanych przy 250 rpm, w temperaturze 23°C, w czasie 2 h. Po zakończeniu ekstrakcji, mieszaninę filtrowano pod próżnią oddzielając ekstrakt od ziarna kawy, przy czym ziarno kawy przemyto 50 ml mieszaniny wody z izobutanolem w stosunku 35:65. Ekstrakt połączono z filtrem po przemyciu kawy uzyskując stężenie kwasów chlorogenowych na poziomie 7,07 g/l i odparowano izobutanol na wyparce rotacyjnej, w temperaturze 50°C. Wodny ekstrakt uzupełniono wodą demineralizowaną do objętości 250 ml i inkubowano przez 10 h w temperaturze 4°C. Po inkubacji, wodny ekstrakt filtrowano pod próżnią i filtrat odparowano do sucha uzyskując 4,27 g suchego ekstraktu. Następnie suchy ekstrakt zalano etanolem w ilości 250 ml i wytrząsano do momentu zawieszenia osadu w objętości rozpuszczalnika, a następnie inkubowano przez 16 h. Po zakończeniu inkubacji, ekstrakt w etanolu filtrowano pod próżnią i filtrat odparowano do sucha uzyskując 3,76 g doczyszczzonego suchego ekstraktu. Doczyszczony suchy ekstrakt rozpuszczono w 20 ml wody, uzyskując stężenie kwasów chlorogenowych na poziomie 69,23 g/l oraz stężenie kofeiny na poziomie 0,50 g/l.

Przykład 5:

25 g nieprażonego ziarna kawy rozdrobniono do cząstek o wielkości 2–5 mm i poddano procesowi trzykrotnego tłoczenia z zastosowaniem prasy śrubowej. Po tłoczeniu surowy olej wirowano do uzyskania klarownego oleju. Wydajność tłoczenia oleju wynosiła 3,85%. Wytłoki kawy po tłoczeniu rozdrobniono do wielkości cząstek 2–4 mm i poddano paleniu w temperaturze 220°C, w czasie 6 minut. Po ostudzeniu kawę zmielono do wielkości drobin nie przekraczającej 1,5 mm. Następnie kawę poddano działaniu pary wodnej o temperaturze 80°C, w czasie 60 minut i wystudowano. Kolejno, kawę zalano chloroformem w ilości 500 ml i inkubowano w temperaturze 30°C przez 4 h. Po tym czasie rozpuszczalnik usunięto pod próżnią i kawę zalano nową porcją chloroformu w ilości 500 ml i dalej inkubowano

w 30°C, w czasie 20 h. Następnie, rozpuszczalnik usunięto, a ziarno kawy przemyto chloroformem w ilości 150 ml. Kolejno, ziarno poddano działaniu pary wodnej o temperaturze 100°C, w czasie 60 minut, po czym ziarno studzono i zalewano mieszaniną rozpuszczalników, składającą się z wody i izopropanolu w stosunku 32:68 w ilości 1000 ml. Mieszaninę ekstrakcyjną zakwaszono do pH 2,90 stosując kwas siarkowy (VI). Ekstrakcję prowadzono w ciemności, warunkach wstrząsanych przy 200 rpm, w temperaturze 40°C, w czasie 1 h. Po zakończeniu ekstrakcji, mieszaninę filtrowano pod próżnią oddzielając ekstrakt od ziarna kawy, przy czym ziarno kawy przemyto 200 ml mieszaniny wody z izopropanolem w stosunku 32:68. Ekstrakt połączono z filtratem po przemyciu kawy uzyskując stężenie kwasów chlorogenowych na poziomie 2,01 g/l i odparowano izopropanol na wyparce rotacyjnej, w temperaturze 50°C. Wodny ekstrakt uzupełniono wodą demineralizowaną do objętości 1000 ml i inkubowano przez 17 h w temperaturze 4°C. Po inkubacji, wodny ekstrakt filtrowano pod próżnią i filtrat odparowano do sucha uzyskując 6,03 g suchego ekstraktu. Następnie suchy ekstrakt zalano izobutanolem w ilości 1000 ml i wytrząsano do momentu zawieszenia osadu w objętości rozpuszczalnika, a następnie inkubowano przez 72 h. Po zakończeniu inkubacji, ekstrakt w izobutanolu filtrowano pod próżnią i filtrat odparowano do sucha uzyskując 3,32 g doczyszczzonego suchego ekstraktu. Doczyszczony suchy ekstrakt rozpuszczono w 20 ml wody, uzyskując stężenie kwasów chlorogenowych na poziomie 71,52 g/l. Ekstrakt nie zawierał kofeiny.

Przykład 6:

100 g nieprażonego ziarna kawy rozdrobniono do cząstek o wielkości 2–5 mm i poddano procesowi trzykrotnego tłoczenia z zastosowaniem prasy śrubowej. Po tłoczeniu surowy olej wirowano do uzyskania klarownego oleju. Wydajność tłoczenia oleju wynosiła 3,73%. Wytloki kawy po tłoczeniu rozdrobniono do wielkości cząstek 2–4 mm i poddano paleniu w temperaturze 180°C, w czasie 8 minut. Po ostudzeniu kawę zmielono do wielkości drobin nie przekraczającej 1,5 mm. Następnie kawę poddano działaniu pary wodnej o temperaturze 120°C, w czasie 30 minut i wystudzono. Kolejno, kawę zalano chloroformem w ilości 500 ml i inkubowano w temperaturze 30°C przez 8 h. Po tym czasie rozpuszczalnik usunięto pod próżnią i kawę zalano nową porcją chloroformu w ilości 500 ml i dalej inkubowano w 30°C, w czasie 16 h. Następnie, rozpuszczalnik usunięto, a ziarno kawy przemyto chloroformem w ilości 150 ml. Kolejno, ziarno poddano działaniu pary wodnej o temperaturze 120°C, w czasie 30 minut, po czym ziarno studzono i zalewano mieszaniną rozpuszczalników, składającą się z wody i izopropanolu w stosunku 32:68 w ilości 1000 ml. Mieszaninę ekstrakcyjną zakwaszono do pH 3,20 stosując kwas siarkowy (VI). Ekstrakcję prowadzono w ciemności, warunkach wstrząsanych przy 200 rpm, w temperaturze 40°C, w czasie 3 h. Po zakończeniu ekstrakcji, mieszaninę filtrowano pod próżnią oddzielając ekstrakt od ziarna kawy, przy czym ziarno kawy przemyto 200 ml mieszaniny wody z izopropanolem w stosunku 32:68. Ekstrakt połączono z filtratem po przemyciu kawy uzyskując stężenie kwasów chlorogenowych na poziomie 8,28 g/l i odparowano izopropanol na wyparce rotacyjnej, w temperaturze 45°C. Wodny ekstrakt uzupełniono wodą demineralizowaną do objętości 1000 ml i inkubowano przez 12 h w temperaturze 4°C. Po inkubacji, wodny ekstrakt filtrowano pod próżnią i filtrat odparowano do sucha uzyskując 20,14 g suchego ekstraktu. Następnie suchy ekstrakt zalano izopropanolem w ilości 1000 ml i wytrząsano do momentu zawieszenia osadu w objętości rozpuszczalnika, a następnie inkubowano przez 24 h. Po zakończeniu inkubacji, ekstrakt w izopropanolu filtrowano pod próżnią i filtrat odparowano do sucha uzyskując 3,44 g doczyszczzonego suchego ekstraktu. Doczyszczony suchy ekstrakt rozpuszczono w 10 ml wody, uzyskując stężenie kwasów chlorogenowych na poziomie 42,67 g/l oraz stężenie kofeiny na poziomie 0,41 g/l.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób przygotowania ekstraktu z kawy przy równoległym procesie otrzymywania oleju z kawy zielonej, w którym nieprażone ziarno kawy jest rozdrabniane, zalewane rozpuszczalnikiem, inkubowane, przemycane, podgrzewane, studzone i zalewane mieszaniną alkohol/woda, filtrowane i odparowywane do sucha, **znamienny tym**, że nieprażone ziarno kawy rozdrabnia się i poddaje procesowi tłoczenia, a po tłoczeniu surowy olej wiruje się do uzyskania klarownego oleju, zaś wytloki kawy po tłoczeniu rozdrabnia się do wielkości cząstek 1–2 mm i poddaje paleniu w temperaturze 180–220°C, w czasie 5–8 minut i ekstrahuje w znany sposób.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że kawę zalewa się rozpuszczalnikiem, korzystnie chloroformem w ilości 5 ml – 20 ml na każdy 1 gram kawy i inkubuje w temperaturze 20–35°C przez 4–12 h, po czym usuwa się rozpuszczalnik pod próżnią, kawę ponownie zalewa chloroformem w ilości 5 ml – 20 ml na każdy 1 gram kawy i dalej inkubuje w temperaturze 20–35°C przez 8–20 h, po czym rozpuszczalnik ponownie usuwa się, a ziarno kawy przemywa chloroformem w ilości 1–3 ml na 1 gram kawy.
3. Sposób według zastrz. 1 albo 2, **znamienny tym**, że ziarno kawy poddaje się działaniu pary wodnej o temperaturze 80–120°C, w czasie 30–60 minut, po czym studzi i zalewa kwaśną mieszaniną rozpuszczalników alkohol/woda w stosunku do wody od 60/40 do 70/30, w ilości 10–40 ml na każdy gram kawy, przy czym alkohol wybiera się spośród etanolu, izopropanolu i izobutanolu; ekstrahuje się w temperaturze 20–50°C, w czasie 1–3 h, filtruje pod próżnią oddzielając ekstrakt od ziarna kawy, przy czym ziarno kawy przemywa się mieszaniną alkohol/woda i kolejno ekstrakt poddaje się procesowi usunięcia alkoholu poprzez odparowanie na wyparce rotacyjnej w temperaturze 40–50°C, uzupełnia wodą demineralizowaną do pierwotnej objętości ekstraktu tj. do objętości 10–40 ml na gram kawy użytej do ekstrakcji i inkubuje w temperaturze 3–8°C, po czym wodny ekstrakt filtruje się pod próżnią i filtrat odparowuje do sucha, zalewa alkoholem i ponownie inkubuje przez 14 h – 72 h; przy czym po zakończeniu procesu inkubacji, ekstrakt w alkoholu filtruje się pod próżnią i filtrat odparowuje do sucha uzyskując i doczyszczony suchy ekstrakt rozpuszcza małej ilości wody, korzystnie w ilości 0,1 ml – 0,8 ml na gram użytej kawy.