



⑫ A **Terinzagelegging** ⑪ **8602011**

Nederland

⑲ NL

-
- ⑤4 **Werkwijze voor het decaffaineren van groene koffie.**
- ⑤1 Int.Cl.: A23F 5/20.
- ⑦1 Aanvrager: Douwe Egberts Koninklijke
Tabaksfabriek-Koffiebranderijen-Theehandel N.V. te Utrecht.
- ⑦4 Gem.: Ir. Th.A.H.J. Smulders c.s.
Vereenigde Octroobureaux
Nieuwe Parklaan 107
2587 BP 's-Gravenhage.

-
- ②1 Aanvraag Nr. 8602011.
- ②2 Ingediend 6 augustus 1986.
- ③2 --
- ③3 --
- ③1 --
- ⑥2 --

-
- ④3 Ter inzage gelegd 1 maart 1988.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

VO 8298

Werkwijze voor het decaffeïneren van groene koffie.

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het decaffeïneren van groene koffie door extractie met water van de koffie en behandeling van het waterige extract met actieve kool.

- 5 Naast de tot dusver commercieel toegepaste werkwijzen voor het decaffeïneren van groene koffie onder toepassing van gechloreerde koolwaterstoffen, is er een toenemende belangstelling voor het decaffeïneren van groene koffie onder toepassing van actieve kool. Bij een dergelijke
10 werkwijze maakt men eerst een extract van de groene koffie welk extract behalve cafeïne de direkt door water oplosbare droge stof bevat. Het aldus bereide extract wordt dan behandeld met actieve kool, waarbij
15 in elk geval de cafeïne, of een groot deel ervan geadsorbeerd wordt op de kool.

- Volgens de Europese octrooiaanvraag 111375 voert men deze werkwijze uit onder toepassing van een actieve kool met een specifieke adsorptiecapaciteit voor cafeïne van ten minste 100 g cafeïne per kg kool, een specifieke
20 selectiviteit van ten minste 0,2, welke kool een positieve correlatie vertoont tussen enerzijds de concentratie van bonenextract en anderzijds de beladingsverhouding cafeïne/niet cafeïne geëxtraheerde stoffen in het adsorbens wanneer dit in evenwicht is met het bonenextract.

- 25 Volgens de Europese octrooiaanvraag 8398 wordt de actieve kool voorafgaand aan de verwijdering van de cafeïne uit het extract voorbeladen met suiker, eventueel in combinatie met een behandeling met zuur. Door toepassing van een dergelijke werkwijze voorkomt
30 men dat teveel niet cafeïne droge stof uit het extract verwijderd wordt. Een nadeel van deze werkwijze is dat voor hergebruik van de actieve kool het nodig is, deze

8602011

thermisch te regenereren en te reactiveren.

De Europese octrooiaanvraag 40712 betreft de decaffeinering van groene koffiebonen op de in de aanhef beschreven wijze, onder toepassing van een "substantially
5 neutral active carbon". In de aanvraag wordt dit nader gedefinieerd als een actieve kool die bij dispergering in water in hoofdzaak neutraal reageert. Een van de nadelen van deze werkwijze is dat door de daarbij optredende ontleding van de chlorogeen zure componenten in het
10 extract, een duidelijke smaakafwijking kan optreden.

Ten aanzien van het terugwinnen van de cafeïne van de daarmee beladen actieve kool zijn diverse werkwijzen bekend, welke in hoofdzaak neerkomen op de specifieke keuze van het oplosmiddel. Europese octrooiaanvraag
15 42295 betreft onder meer de toepassing van ijsazijn of mengsels daarvan met andere componenten voor het winnen van de cafeïne van de actieve kool. Een nadeel van deze werkwijze, zoals uiteengezet in de Europese octrooiaanvraag 76620 is dat ijsazijn een bijzonder
20 laag vlampunt heeft, zodat dit niet of nauwelijks commercieel toepasbaar is. Genoemde Europese octrooiaanvraag betreft derhalve een werkwijze voor het verminderen van dit probleem, hetgeen bereikt wordt door een deel van de positieve effecten van het azijnzuur op te geven
25 door dit te verdunnen met ten minste 30% water. Daardoor wordt het vlampunt sterk verlaagd, maar dit gaat ten koste van extractierendement. Echter ook volgens deze werkwijzen dient men de actieve kool na terugwinnen van de cafeïne thermisch te regenereren of te reactiveren.

30 Europese octrooiaanvraag 129609 betreft de toepassing van mierzuur en/of mierzuur bevattende oplossingen voor het terugwinnen van cafeïne. Hoewel deze werkwijze een vrij redelijk rendement heeft, is het nog altijd noodzakelijk na verloop van tijd de actieve kool thermisch
35 te regenereren.

Doel van de onderhavige uitvinding is het verschaffen

8602011

van een werkwijze voor het decaffeïneren van groene koffie onder toepassing van kool, welke niet de boven geschetste nadelen bezit.

- De werkwijze van de uitvinding wordt gekenmerkt
- 5 doordat men
- a) het extract behandelt met actieve kool afkomstig van procestrap c, waarbij de cafeïne grotendeels door de actieve kool opgenomen wordt,
 - b) de met cafeïne beladen actieve kool behandelt met
 - 10 een zure vloeistof, waarbij de cafeïne grotendeels van de actieve kool verwijderd wordt,
 - c) de actieve kool wast met water totdat deze een pH heeft tussen 3 en 6 (bepaald volgens ASTM D 3838-80),
 - en
 - 15 d) de gewassen kool terugvoert naar procestrap a.

- Verrassenderwijs is gebleken dat door combinatie van specifieke maatregelen volgens de uitvinding men een efficiënte decaffeïneringswerkwijze verkrijgt waarbij men bovendien een aantal voordelen heeft ten opzichte
- 20 van de stand van de techniek. Een van de voordelen is dat afgezien kan worden van tussentijdse thermische regeneratie van de kool, danwel dat deze regeneratie slechts zeer incidenteel noodzakelijk is.

- Een tweede voordeel is dat de onderhavige werkwijze
- 25 geen problemen levert met het ontstaan van stoffen die aanleiding zijn tot een smaakafwijking van de behandelde koffie na branden, hetgeen mogelijkerwijs toegeschreven kan worden aan het feit dat een verminderde afbraak van de chlorogeen zuren optreedt.

- 30 De volgens de uitvinding toe te passen extractie vindt op de gebruikelijke wijze plaats door behandeling van de groene koffie met water of een waterige oplossing bij een temperatuur tussen 50 en 100°C.

- De kool die men gebruikt bij de werkwijze volgens
- 35 de uitvinding kan een in de handel verkrijgbare kool zijn. Deze kool dient geselecteerd te worden op de eigen-

8602011

schap dat deze na zure regeneratie en wassen met water een pH bezit tussen 3 en 6, bij voorkeur tussen 3 en 5,5, zoals bepaald volgens ASTM norm D-3838-80.

Voor een eerste selectie kan men daarbij een actieve
5 kool kiezen die als zodanig aan de pH-eis voldoet. Op zich is dit nog niet voldoende, omdat men ook moet controleren of aan de volgens de uitvinding gestelde eis van de pH gesteld in procestrap c kan worden voldaan.

Het is bekend dat actieve kool zuurstof-bevattende
10 groepen bevat, die afhankelijk van de aard en structuur, hetzij zuur, dan wel basisch van karakter zijn. Voor toepassing in de onderhavige uitvinding is het van belang dat van de actieve kool de basische groepen zoveel mogelijk afgeschermd zijn.

15 In dit verband wordt opgemerkt dat de actieve kool die beschreven is in Europese octrooiaanvraag 40712 per definitie zowel zure als basische groepen moet bezitten, omdat een neutrale reactie inhoudt dat de zure en basische groepen elkaar in evenwicht houden. Een dergelijke kool
20 is volgens de uitvinding minder geschikt, omdat deze ten aanzien van het katalyseren van bijproductvorming nadeliger werkt.

Zoals blijkt uit de voorbeelden van deze Europese octrooiaanvraag, leidt de toepassing van de daarin beschre-
25 ven kool tot een stijging van de pH van het extract, hetgeen betekent dat de basische groepen niet, of slechts gedeeltelijk afgeschermd zijn. Vanuit het oogpunt van smaak is dit zeer nadelig.

De werkwijze volgens de uitvinding leidt daarentegen
30 niet of nauwelijks tot een verandering van de pH van het extract, hetgeen duidelijke voordelen heeft.

De volgens de uitvinding toe te passen actieve kool heeft bij voorkeur een groot inwendig oppervlak, welk inwendig oppervlak bij voorkeur meer dan 800 m²
35 per g (BET) bedraagt, aangezien met kolen met een dergelijk inwendig oppervlak de hoeveelheid geadsorbeerde cafeïne

ten opzichte van de hoeveelheid overige geadsorbeerde droge stof in een gunstige verhouding kan worden gebracht.

Na belading met de caffeïne, hetgeen op de daartoe gebruikelijke wijze plaats kan vinden, b.v. zoals omschreven in de Europese octrooiaanvragen 8398, 40712 of 111375 wordt de met caffeïne beladen kool behandeld met een zure vloeistof. Deze behandeling vindt bij voorkeur plaats bij een temperatuur van ten minste 100°C in het bijzonder meer dan 110°C, onder atmosferische druk, waarbij de zure vloeistof zodanig gekozen wordt dat bij de betreffende temperatuur betrekkelijk weinig verdamping plaatsvindt. In de praktijk betekent dit dat in principe ten hoogste bij het kookpunt van de zure vloeistof onder atmosferische druk gewerkt wordt.

De zure vloeistof kan ofwel bestaan uit het zuur als zodanig, uit een mengsel van twee of meer zuren, of uit een combinatie van zuur of een mengsel van zuren met een of meer andere stoffen. Specifieke voorbeelden van toe te passen zure vloeistoffen zijn ijsazijn, met water verdund azijnzuur, melkzuur, glycolzuur, citroenzuur, fosforzuur, benzoëzuur, of combinaties van twee of meer van de genoemde zuren, eventueel met water. Bij voorkeur past men echter een zure vloeistof toe, waarin zich 50-85 gew.% azijnzuur, bij voorkeur ten minste 65 gew.%, bevindt, terwijl de resterende vloeistof kan bestaan uit water, citroenzuur, fosforzuur, melkzuur, benzoëzuur, en dergelijke.

Na de behandeling met de zure vloeistof is de actieve kool geheel of nagenoeg geheel bevrijd van de caffeïne. Deze caffeïne bevindt zich dan in de zure vloeistof, waaruit deze verwijderd kan worden door toepassing van bekende technieken.

De van caffeïne bevrijde kool wordt vervolgens gewassen met water, totdat de kool voldoet aan de eisen ten aanzien van de pH ervan. Deze kool wordt vervolgens weer toegepast voor het adsorberen van caffeïne uit

8602011

het waterige koffieëxtract. Uiteraard is het ook mogelijk de kool te wassen met een verdunde waterige oplossing van een zuur, bijvoorbeeld het zuur dat toegepast is in procestrap b.

- 5 De boven beschreven werkwijze leidt, na instelling van een evenwichtssituatie, tot een cafeïneadsorptie op de kool die overeenkomt met 80-95 % van de oorspronkelijke adsorptiecapaciteit.

- Met een dergelijke werkwijze kan men dan komen
10 tot een rest-cafeïnegehalte van de koffie van ten hoogste 0,1 gew.%. In het geval dat deze waarde stijgt, kan men door aanpassing van de koffie/kool verhouding weer het oorspronkelijke niveau herstellen.

- De uitvinding wordt nu toegelicht aan de hand
15 van een, niet beperkend, voorbeeld.

Voorbeeld

Groene koffie met een cafeïnegehalte van 1,2 gew.% werd met water gedurende 6 uur geëxtraheerd bij een temperatuur van 70°C.

- 20 Deze extractie vond plaats door de vloeistof afwisselend over de te extraheren koffie en over een koolkolom te leiden. Het extract werd op deze wijze met actieve kool behandeld, waarna een nagenoeg van cafeïne bevrijd extract met een pH van 4.8 verkregen werd.

- 25 Na beëindiging van het experiment werd de natte groene koffie gedroogd en gecombineerd met het extract. Het cafeïnegehalte van de uiteindelijk verkregen groene koffie bedroeg 0,1 gew.% (berekend op de groene koffie). De actieve kool was afkomstig van een eerdere cyclus,
30 gevolgd door regeneratie op de hierna beschreven wijze.

- De met cafeïne beladen actieve kool (23,4 g cafeïne/kg actieve kool) werd gedesorbeerd bij 112°C met azijnzuur (100%). Daarbij werd een nagenoeg volledige desorptie van de cafeïne verkregen. De aldus van cafeïne
35 bevrijde kool werd vervolgens weer met water gewassen totdat de kool een pH had van 5,2 en weer voor de volgende

8602011

cyclus gebruikt wordt.

De bovenbeschreven werkwijze betreft de stabiele situatie, waarbij reeds meer dan 10 van dergelijke cycli plaatsgevonden hadden.

8602011

CONCLUSIES

1. Werkwijze voor het decaffeinieren van groene koffie door extractie van de koffie met water en behandeling van het waterige extract met actieve kool, met het kenmerk, dat men
- 5 a) het extract behandelt met actieve kool afkomstig van procestrap c, waarbij de cafeïne grotendeels door de actieve kool opgenomen wordt,
- b) de met cafeïne beladen actieve kool behandelt met een zure vloeistof, waarbij de cafeïne grotendeels
- 10 c) de actieve kool wast met water totdat deze een pH heeft tussen 3 en 6 (bepaald volgens ASTM D 3838-80), en
- d) de gewassen kool terugvoert naar procestrap a.
- 15 2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat men de kool wast totdat deze een pH heeft die ligt tussen 3 en 5,5.
3. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat men de met cafeïne beladen actieve kool behandelt
- 20 met een zuur, een mengsel van zuren, of een mengsel van een of meer zuren met een andere stof.
4. Werkwijze volgens conclusie 3, met het kenmerk, dat men een of meer zuren toepast gekozen uit azijnzuur, citroenzuur, melkzuur, glycolzuur, fosforzuur, en benzoë-
- 25 zuur.
5. Werkwijze volgens conclusies 1-4, met het kenmerk, dat men de kool behandelt met de zure oplossing welke vloeibaar is bij atmosferische druk bij de behandelingstem-
- peratuur, die ten minste 100°C bij voorkeur 110°C bedraagt.
- 30 6. Werkwijze volgens conclusies 1-5, met het kenmerk, dat de kool een oppervlak van ten minste 800 m²/g (BET) bezit.

8602011