

(19) DANMARK



(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT

(11) 163559 B

Patentdirektoratet
TAASTRUP

(21) Patentansøgning nr.: 1400/85

(51) Int.Cl.5

A 23 F 5/22

(22) Indleveringsdag: 28 mar 1985

(41) Alm. tilgængelig: 30 sep 1985

(44) Fremlagt: 16 mar 1992

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 29 mar 1984 US 594460

(71) Ansøger: *GENERAL FOODS CORPORATION; 250 North Street; White Plains; New York 10625, US

(72) Opfinder: Gary Victor *Jones; US, James Ford *Meinhold; US, Joseph Anthony *Musto; US

(74) Fuldmægtig: Hofman-Bang & Boutard A/S

(54) Fremgangsmåde til fremstilling af et decaffeineret kaffeprodukt med genvinding af ekstraherede ikke-caffeinstoffer

(56) Fremdragne publikationer

(57) Sammendrag

1400-85

Ved decaffeinerings af en vandig ekstrakt af ristet og formalet kaffe med et halogeneret koffeinopløsningsmiddel skilles de ekstraherede ikke-koffeinstoffer fra koffein, og ikke-koffeinstofferne tilbageføres til et decaffeineret kaffeprodukt til forbedring af aroma og økonomi. Der anvendes væske-væske-ekstraktion til at udskille ikke-koffeinstofferne fra koffeinopløsningsmiddelfasen til en vandig fase. Koffeinet udvindes fra koffeinopløsningsmiddelfasen som et værdifuldt biprodukt.

2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12

Opfindelsen angår en fremgangsmåde til fremstilling af et decaffeineret kaffeprodukt, hvorved man forbedrer kvaliteten og økonomien af et sådant system ved at bevare de opløselige ikke-caffein-stoffer, som fjernes fra den vandige kaffeekstrakt i decaffeineringsstrinnet.

Decaffeinerede opløselige kaffer repræsenterer et vigtigt udsnit af kaffemarkedet. Der er angivet mange teknikker til fremstilling af sådanne produkter. De foretrukne teknikker vil være dem, der producerer et højkvalitetsprodukt og er økonomiske at udføre. Den hastighed, hvormed decaffeineringen frembringes, og den grad, hvori caffeinet fjernes selektivt under decaffeineringsstrinnet er begge faktorer, som er med til at bestemme disse systemers kvalitet og pris.

Fjernelsen af caffein fra grønne kaffebønner er en teknik, som er blevet udbredt praktiseret inden for faget; imidlertid kræver denne fremgangsmåde flere timer og involverer høje temperaturer. Fjernelsen af caffein fra vandige kaffeekstrakter er blevet erkendt at frembyde et relativt hurtigt caffeinekstraktionstrin ved relativt lave temperaturer. Den sidstnævnte fremgangsmåde resulterer også i et højere udbytte og reducerede arbejdsomkostninger sammenlignet med decaffeineringen af grønne kaffebønner.

Decaffeinerings af vandig kaffeekstrakt med et med vand ublandbart organisk opløsningsmiddel betegnes normalt som væske-væske-ekstraktion. Ved en sådan decaffeineringsproces føres ristet og formalet kaffeekstrakt normalt i modstrøm med det organiske opløsningsmiddel. Opløsningsmidlet fjerner caffeinet fra kaffeekstrakten til opnåelse af en decaffeineret ekstrakt. Den decaffeinerede ekstrakt befries for resterende opløsningsmiddel og forarbejdes derpå yderligere til dannelselse af et decaffeineret opløseligt kaffeprodukt; se US patentskrift nr.

2 933 395, som angiver en modstrøms ekstrakt-decaffeineringsproces.

Direkte decaffeinerings af ekstrakt af ristet og formalet kaffe kan være en effektiv metode til fjernelse af caffein fra kaffen. Ved modstrøms ekstrakt-decaffeinerings dispergeres kaffeekstrakten f.eks. sædvanligvis i form af små dråber igennem en kontinuert opløsningsmiddel-fase. De små dråber udviser et stort overfladeareal over for opløsningsmidlet. På grund af det store overfladeareal forøges masseoverførslen af caffein fra kaffeekstrakten til opløsningsmidlet væsentligt. På grund af den forøgede masseoverførsel kan ekstrakt-decaffeinerings blive en virkelig kontinuert decaffeineringsproces.

Selv om teknikkerne til decaffeinerings af ekstrakter af ristet kaffe er mere effektive end fremgangsmåderne til decaffeinerings af grønne kaffebønner, er der stadig visse ulemper ved de førstnævnte teknikker. En sådan ulempe er, at de organiske opløsningsmidler, der anvendes til caffeinekstraktion ikke kun ekstraherer caffein fra kaffeekstraktstrømmen. Anvendelsen af et højselektivt opløsningsmiddel (dvs. et opløsningsmiddel, som kun fjerner caffein fra kaffematerialet) ville selvfølgelig være stærkt ønsket. Imidlertid fjerner de opløsningsmidler, som for tiden er til rådighed til hensigtsmæssig fjernelse af caffein fra kaffeekstrakt uundgåeligt nogle ikke-caffeinstoffer fra ekstrakten sammen med caffein. Den manglende genvinding af disse ikke-caffeinstoffer ved returnering på en eller anden måde til det tørrede kaffeprodukt resulterer nødvendigvis i et tab af kaffearoma og en reduktion i den samlede fremgangsmådes økonomiske effektivitet.

I fravær af et højselektivt flydende opløsningsmiddel er der tidligere blevet gjort forsøg på at adskille

det materiale, som fjernes fra kaffeekstrakten, i en
caffein-rig og en i hovedsagen caffein-fri opløsningsmid-
delfraktion. Den caffein-frie fraktion ville så igen
blive tilsat kaffeekstraktstrømmen for at genvinde disse
5 værdifulde ikke-caffein-stoffer. Den caffein-rige fraktion
ville blive fjernet fra decaffeineringsystemet som
en spildstrøm, selv om caffeinet med fordel kan isoleres
og sælges som et værdifuldt biprodukt af decaffeinerings-
processen. En sådan caffeingenvindingsmetode er angivet
10 i US patentskrift nr. 2 508 545. En anden sådan metode
er angivet i US patentskrift nr. 2 472 881.

Opmærksomheden inden for området er for nylig blevet
rettet mod genvindingen af disse vigtige ikke-caffein-
stoffer. F.eks. beskrives i BE patentskrift nr. 865 488
15 en fremgangsmåde, hvorved kaffeekstrakten først decaf-
feineres med et med vand ublandbart organisk opløsnings-
middel; det organiske opløsningsmiddel derpå bringes
i kontakt med vand for at overføre caffeinet og, uund-
gåeligt, nogle ikke-caffein-stoffer; det decaffeinerede
20 opløsningsmiddel returneres til kaffeekstrakten; resterende
opløsningsmiddel afdampes derfra; og caffeinet krystal-
liseres fra vandfasen, som derpå smides væk. Vandfasen
indeholder uundgåeligt nogle ikke-caffein-stoffer, som
ville yde vigtige fyldeegenskaber til den opløselige
25 kaffe, men i stedet smides væk. En lignende, omend anta-
geligvis forbedret metode er angivet i US patentskrift
nr. 4 409 253. Forbedringen består i at recirkulere
vandfasen, hvorfra caffeinet er blevet krystalliseret,
tilbage til den oprindelige caffeinholdige ekstrakt.
30 Vandfasen kan øjensynligt ikke kombineres med den decaf-
feinerede ekstrakt, fordi krystallisationen efterlader
en væsentlig mængde caffein i vandet. Derfor angives
den ineffektive recirkulering af vandfasen igennem decaf-
feineringsstrinnet med deraf følgende forøgelse i mængden
35 af caffein, som må fjernes.

Et andet forsøg er blevet angivet i FR patentskrift nr. 1 591 756, hvorved kaffeekstrakt inddampes og derpå decaffeineres med opløsningsmidlet ethylacetat; det 5
caffeinholdige ethylacetat samtidigt bringes i kontakt med vand og vandmættet ethylacetat for at overføre caffe-
inet til vandet; caffeinet derpå krystalliseres fra vandfasen, som ifølge beskrivelsen ikke indeholder ikke-
kaffe-stoffer; det caffein-fri ethylacetat sendes igennem 10
et inddampningstrin, som tjener til at adskille opløsningsmidlet fra ikke-caffein-stofferne og de aromatiske komponenter; ikke-caffein-stofferne og de aromatiske komponenter opløses i ethylalkohol og igen tilsættes den decaffeinerede ekstrakt, som derpå sendes igennem et inddampningstrin for at fjerne spor af ethylacetat.
15 Fremgangsmåden er begrænset til anvendelse af ethylacetat til decaffeinerings af kaffeekstrakter og trichlorethylen til decaffeinerings af teekstrakter.

Det er opfindelsens formål at angive en fremgangsmåde til decaffeinerings af ekstrakt af ristet kaffe, hvorved 20
der produceres en opløselig kaffe med forbedret aroma, og udbyttet af totale opløselige kaffestoffer forøges. Formålet er endvidere at tilvejebringe et effektivt middel til at skille ikke-caffein-stoffer fra caffein og genvinde ikke-caffein-stofferne i det færdige kaffe-
25 produkt uden at måtte recirkulere tilbageføringsstrømmen igennem decaffeineringsstrinnet.

Dette opnås ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen, som er ejendommelig ved det i krav 1's kendetegnende del anførte.

30 Ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen bringes ekstrakten først i kontakt med et caffeinopløsningsmiddel, således at mindst 90 vægt-%, og fortrinsvis mindst 95 vægt-% af caffeinet og en mindre mængde ikke-caffein-stoffer

overføres til opløsningsmidlet, idet vægtforholdet mellem
caffein og ikke-caffein-stoffer i opløsningsmidlet almin-
deligvis er fra omkring 1,5:1 til omkring 6:1. Efter
fraskillelsen bringes det caffeinholdige opløsningsmiddel
5 i kontakt med vand til dannelse af en vandig fase indehol-
dende mindst 70 vægt-%, og fortrinsvis mindst 90 vægt-%
af de til rådighed værende ikke-caffein-stoffer og en
opløsningsmiddelfase, som bevarer mindst 80 vægt-% og
fortrinsvis mere end 90 vægt-% af det ekstraherede caf-
10 fein. Efter adskillelse af disse to faser er ikke-caffe-
in-stoffet blevet effektivt skilt fra caffeinet, og
den vandige strøm indeholdende ikke-caffein-stofferne
sættes igen til den decaffeinerede kaffeekstrakt. Den
vandige strøm, som indeholder ikke-caffein-stofferne,
15 og den decaffeinerede ekstraktstrøm befries enten hver
for sig for resterende opløsningsmiddel eller kombineres
og befries sammen for resterende opløsningsmiddel. Det
caffeinholdige opløsningsmiddel forarbejdes yderligere
for at genvinde caffeinet som et værdifuldt biprodukt
20 ifølge eksisterende metoder.

Ekstrakter af ristet og formalet kaffe decaffeineres
ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen. Ekstrakter af
ristet og formalet kaffe opnået fra kommercielle kaffeeks-
traktionssystemer, såsom dem, hvori ristet og formalet
25 kaffe ekstraheres med vand i et flertrinsmodstrøms-eks-
traktionsbatteri, er blandt dem, der er egnede for den
foreliggende opfindelse. Meget af den kaffesmag og -aroma,
der indeholdes i den ristede og formalede kaffe, ekstra-
heres derved til kaffeekstraktstrømmen, og det kan være
30 ønskeligt at afdampe alle eller en del af disse aromaer
fra kaffeekstrakten, før den bringes i kontakt med caf-
feinopløsningsmidlet. Konventionelle afdampningsteknik-
ker, som er kendte inden for faget, er egnede.

Hvad enten ekstrakter af ristet og formalet kaffe først

befries for de flygtige smags- og aromaforbindelser eller ej, bringes kaffeekstrakten i kontakt med et caffeineopløsningsmiddel. Almindeligvis involverer ekstraktdecaffeinerings væske-væske-ekstraktion, hvorved kaffeekstrakten bringes i kontakt med et med vand ublandbart organisk opløsningsmiddel for at fjerne caffeine fra kaffeekstrakten, enten kontinuert eller i et chargesystem. Der kendes en lang række med vand ublandbare organiske opløsningsmidler, almindeligvis opdelt i halogenerede og ikke-halogenerede opløsningsmidler, til caffeineekstraktion, hvor de foretrukne caffeineopløsningsmidler har en relativt lav blandbarhed med vand og er relativt specifikke for caffeine. Den foreliggende opfindelse har imidlertid vist sig at være begrænset til halogenerede opløsningsmidler. Af de egnede halogenerede opløsningsmidler, såsom chloroform, dichlorethylen, trichlorethylen og lignende, er methylenchlorid særlig velegnet til decaffeinerings af kaffeekstrakt og er relativt billigt og let tilgængeligt.

Ekstraktdecaffeinerings ved væske-væske-ekstraktion kan gennemføres i ethvert apparat, som giver effektiv væske-væske-kontakt. En omrørt charge-tank er egnet, eller der kan anvendes et kontinuert apparat, såsom en kolonne med roterende skivekontaktor eller en søjle med frem- og tilbagegående plade, såsom en Karr-kolonne. Det er ønskeligt at gennemføre ekstraktdecaffeinerings med en så lavt forhold mellem opløsningsmiddel og kaffeekstrakt som muligt. Det anvendte opløsningsmiddel/ekstraktforhold bestemmes typisk af den krævede grad af decaffeinerings, koncentrationen af opløste stoffer i den tilførte ekstrakt af ristet kaffe, det anvendte caffeineopløsningsmiddel, arbejdstemperaturen og effektiviteten af opløsningsmiddel-kaffeekstrakt-kontakten. Ved anvendelse af det lavest anvendelige opløsningsmiddel/ekstraktforhold er det muligt at frembringe den nødvendige grad

af decaffeinerings, medens mængden af ikke-caffein-stoffer, som fjernes fra kaffeekstraktstrømmen, holdes på et minimum. Almindeligvis gennemføres væske-væske-ekstraktionen i et temperaturområde på fra omkring 27 til omkring 82 °C, og typisk for methylenchlorid fra omkring 38 til omkring 43 °C. Almindeligvis har det vist sig, at et vægtforhold mellem caffeinopløsningsmiddel og ekstrakt af ristet kaffe på fra omkring 1:1 til omkring 10:1 er tilstrækkeligt til at fjerne mindst 90 vægt-% af caffeinindholdet i en kaffeekstrakt indeholdende mellem 10 og 50 vægt-% kaffestoffer og op til 5 vægt-% caffein. Et egnet område for methylenchlorid-decaffeinerings er et vægtforhold mellem methylenchlorid og kaffeekstrakt på fra omkring 2:1 til omkring 6:1. Et foretrukket område for methylenchlorid-decaffeinerings af en ekstraktstrøm med en koncentration på fra omkring 25 til omkring 30 vægt-% opløselige stoffer er et vægtforhold mellem methylenchlorid og kaffeekstrakt på fra omkring 3,5:1 til omkring 5:1. I dette vægtforholdsområde er det muligt at ekstrahere mere end 97% af det caffein, som oprindeligt var til stede i kaffeekstrakten.

I tilfælde af en kontinuert væske-væske-ekstraktor indføres den af de to væsker, som har højeste densitet, ved toppen af kolonnen, passerer derigennem og fjernes fra bunden af kolonnen. Væsken med den mindste densitet tilføres i bunden af kolonnen, passerer op derfra og fjernes ved toppen af kolonnen. Ekstrakten af ristet kaffe tilføres typisk ved kolonnens bund og holdes som den dispergerede fase i den kontinuerte ekstraherende opløsningsmiddelfase. Adskillelsen af disse to faser frembringes ved den kontinuerte drift af kolonnen. Desuden kan centrifugering af udgangsstrømmene eller lange sætningszoner foretrækkes for at fjerne indesluttet caffeinopløsningsmiddel fra kaffeekstrakten og indesluttet kaffeekstrakt fra caffeinopløsningsmidlet. Caffein-

- opløsningsmidlet, som træder ud af væske-væske-ekstrakto-
ren, indeholder typisk et eller andet sted fra omkring
0,1 til omkring 1,0 vægt-% caffein og et vægtforhold
mellem caffein og ikke-caffein-stoffer på fra omkring
5 1,5:1 til omkring 6:1. Inden den yderligere forarbejdning
af denne caffeinopløsningsmiddelstrøm kan det være ønske-
ligt at koncentrere strømmen ved hjælp af inddampning
for således at reducere det volumen opløsningsmiddel,
som skal håndteres i det følgende.
- 10 Selv om en stor del af de flygtige smags- og aromafor-
bindelser fra den ristede og formalede kaffe kan bevares
ved afdampning af kaffeekstrakten før kontakten med
caffeinopløsningsmiddel, genvinder denne afdampnings-
teknik ikke de ikke-flygtige fyldighedsgivende stoffer,
15 som er indeholdt i stort omfang i de førnævnte ikke-caffe-
in-stoffer. Den foreliggende opfindelse viser genvindin-
gen af de nævnte ikke-caffein-stoffer i en vandig strøm,
som kan sættes direkte til den decaffeinerede ekstrakt
igen uden væsentlig forøgelse af vægtprocenten af caffein
20 i den decaffeinerede ekstraktstrøm. Den foreliggende
opfindelse udgør således et yderst effektivt middel
til genvinding af ikke-caffein-stoffer, uden at der
kræves en anden decaffeinerings af den vandige strøm
indeholdende ikke-caffein-stofferne, før de føres tilbage
25 til den decaffeinerede ekstrakt, som ifølge US patent-
skrift nr. 4 409 253. En yderligere vigtig forbedring
ifølge den foreliggende opfindelse er, at ikke-caffein-
stofferne genvindes i en vandig strøm fremfor i en op-
løsningsmiddelstrøm som ifølge det ovennævnte patent-
30 skrift, hvilket i høj grad reducerer den nødvendige
grad af opløsningsmiddelafdampning efter tilbageførin-
gen, som det kræves ifølge BE patentskrift nr. 865 488
og FR patentskrift nr. 1 591 756. Den decaffeinerede
ekstrakt med ikke-caffein-stoffer tilbageført kan yderli-
35 gere forarbejdes ved f.eks. koncentration, tilsætning

af afdampede flygtige smags- og aromaforbindelser, frysetørring, sprøjtetørring og agglomerering.

Ifølge opfindelsen træder det caffeinholdige opløsningsmiddel ind i et andet væske-væske-ekstraktionstrin, som på lignende måde som ved den første væske-væske-ekstraktion kan gennemføres i en omrørt charge-tank eller i et kontinuert apparat, såsom en Karr-kolonne. Til kontinuert udøvelse af opfindelsen virker vandet som den kontinuerte fase, medens det caffeinholdige opløsningsmiddel dispergeres i vandet. Det caffeinholdige opløsningsmiddel træder typisk ind i toppen af apparatet, passerer derigennem og træder ud i bunden. Vandet, den fase, hvortil ikke-caffeinstofferne skal ekstraheres, træder ind i bunden af apparatet, passerer op derfra og træder ud i toppen. Væske-væske-ekstraktorens arbejdsbetingelser bestemmes, inden for visse specificerede områder, på basis af den grad, hvori det ønskes at overføre ikke-caffeinstofferne fra det caffeinholdige opløsningsmiddel til vandfasen. Den foreliggende opfindelse udøves fortrinsvis således, at mindst 70% af ikke-caffeinstoffer genvindes i den vandige fase, medens mindst 90% af caffeinet bevares i opløsningsmiddelfasen.

Væske-væske-ekstraktoren betjenes under et svagt positivt tryk for at holde caffein-opløsningsmidlet i flydende tilstand. Vægtforholdet mellem vand og caffeinholdigt opløsningsmiddel kan ligge i området fra omkring 0,25:1 til omkring 3:1 i væske-væske-ekstraktoren. Med methylenchlorid som opløsningsmiddel er typisk et vægtforhold mellem vand og opløsningsmiddel på fra omkring 0,5:1 til omkring 1:1 optimalt for overførsel af mindst 70% af ikke-caffeinstofferne til den vandige fase under bevarelse af mindst 90% af caffeinet i opløsningsmidlet. Temperaturen for ekstraktordriften kan ligge i området fra omkring 5 til omkring 43 °C til selektiv overførsel

af ikke-caffein-stofferne. Det foretrækkes at betjene ekstraktoren ved en temperatur på fra omkring 25 til omkring 30 °C. Midlerne til omrøring er nødvendigvis afhængige af den anvendte type væske-væske-ekstraktor, 5 men omrøringsgraden må være tilstrækkelig til at frembringe den ønskede overførsel af ikke-caffein-stoffer men forhindre oversvømmelse. F.eks. er en omrøring på fra omkring 100 til omkring 120 slag pr. min ved betjening af en Karr-kolonne i forsøgsmålestok passende til at 10 frembringe mindst 70% eller større overførsel af ikke-caffein-stoffer til den vandige fase.

Den vandige fase, som indeholder ikke-caffein-stofferne kan sættes til den decaffeinerede ekstrakt eller forarbejdes yderligere før tilbageføringen. Typiske forarbejdningstrin før tilbageføringen inkluderer afdampning 15 af resterende opløsningsmiddel fra den vandige fase, koncentreret af den vandige fase til en højere koncentration af ikke-caffein-stoffer og blanding af den vandige fase efter restafdampning med flygtige aromaer afdampet 20 fra ekstrakten af ristet og formalet kaffe. Disse mellem-liggende forarbejdningstrin udelukker ikke hverandre, men kan gennemføres i enhver kombination.

Resterende opløsningsmiddel kan afdampes fra den vandige fase ved enhver kendt teknik, såsom lyninddampning. 25 Opløsningsmiddelaafdampningen kan frembringes i enten et charge-system eller et kontinuert system. Typisk afdampes resterende opløsningsmiddel under et vakuum på fra omkring 16,9 til omkring 91,4 kPa og ved en temperatur på fra omkring 43 til omkring 96 °C og kondenseres 30 i en kondensationsvarmeveksler. Det kondenserede opløsningsmiddel kan recirkuleres til decaffeineringsprocessen eller smides væk. I forarbejdningsforskrifter, hvorved resterende opløsningsmiddel afdampes fra den vandige fase som beskrevet ovenfor, afdampes den decaf-

feinerede ekstrakt på lignende måde og separat for resterende opløsningsmiddel. Dette sker med fordel således, at det totale resterende opløsningsmiddel i den kombinerede strøm efter at den vandige fase indeholdende ikke-
5 caffeïn-stofferne og den decaffeinerede ekstrakt er kombineret, er mindre end 10 ppm, og yderligere opløsningsmiddelaftdampning er unødvendig.

Koncentrering af den vandige fase til en højere koncentration af ikke-caffeïn-stoffer kan anvendes til at
10 reducere den mængde vand, som skal håndteres under den yderligere forarbejdning. Inddampning og frysekoncentrering er to egnede metoder, som kan anvendes. Den vandige fase kan kombineres med flygtige aromaer afdampet fra ekstrakten af ristet og formalet kaffe, men typisk kun
15 i forarbejdningssystemer, hvor yderligere afdampning, såsom af resterende opløsningsmiddel, eller koncentration, såsom inddampning, ikke er inkluderet i det følgende. Disse flygtige aromaer kan først fraktioneres i en destillationskolonne. Typisk blandes de fraktionerede
20 aromaer, som udvindes i toppen af destillationskolonnen, med den vandige fase. Mængden af aromaer, som blandes med den vandige fase, bestemmes af målaromaen for det færdige kaffeprodukt og afhænger af den mængde afdampning, som tages fra ekstrakten af ristet og formalet kaffe,
25 graden af fraktionering i destillationskolonnen og det forhold, hvori den kombinerede vandige fase skal sættes til den decaffeinerede ekstrakt.

Tilbageførsel af den vandige fase til den decaffeinerede ekstrakt kan fuldføres enten kontinuert eller chargevis.
30 Det niveau, hvori den vandige fase sættes til den decaffeinerede ekstrakt, afhænger af mange faktorer, herunder koncentrationen af ikke-caffeïn-stofferne, koncentrationen af den decaffeinerede ekstrakt og målaromaen for det færdige kaffeprodukt. Typisk tilsættes den van-

dige fase imidlertid i et sådant niveau, at vægtforholdet mellem de opløselige kaffestoffer og ikke-caffeinstofferne i den kombinerede strøm er fra omkring 50:1 til omkring 85:1. I dette typiske område tilbageføres ikke-caffeinstofferne effektivt til de opløselige kaffestoffer i et sådan niveau, at den kombinerede strøm har et vægtforhold, som svarer til det oprindelige vægtforhold i den udecaffeinerede ekstrakt af ristet og formålet kaffe.

10 Den kombinerede decaffeinerede ekstraktstrøm kan yderligere forarbejdes som f.eks. ved koncentrering, tilbageførsel af flygtig aroma, sprøjtetørring og agglomerering eller frysetørring. Den kan også emballeres aseptisk som en flydende kaffeekstrakt. Sådanne yderligere forarbejdsningstrin kan udføres ifølge betingelser og specifikationer, som er kendte inden for teknikken.

Det caffeinholdige opløsningsmiddel, hvorfra ikke-caffeinstofferne er blevet fjernet, træder ud af den anden væske-væske-ekstraktor næsten frit for ikke-caffeinstoffer. Opløsningsmiddelstrømmen kan nu føres igennem en række forarbejdsningstrin for at genvinde caffeinet som et værdifuldt og relativt rent biprodukt. Enhver af de kendte metoder til genvinding af caffein fra et caffeinopløsningsmiddel kan nu anvendes. Det kan være ønskeligt at fjerne alt indesluttet vand fra denne opløsningsmiddelstrøm før caffeingenvindingen afhængigt af den caffeingenvindingsmetode, som skal anvendes. Vand kan fjernes ved enhver egnet separationsmetode, såsom centrifugering. Hvis endvidere den caffeinholdige opløsningsmiddelstrøm ikke blev koncentreret før væske-væskekontakten med vand, kan en sådan koncentrering gennemføres før caffeingenvindingen for således at minimere den mængde opløsningsmiddel, som må håndteres, og forøge den drivende kraft for caffeinmasseoverførsel.

- Caffein kan udskilles fra caffeinopløsningsmidlet ved igen at bringe opløsningsmidlet i kontakt med vand, f.eks. i ethvert apparat, som giver tilstrækkelig væske-væske-kontakt. En særlig egnet metode til gevindingen af caffein er angivet i US patentskrift nr. 2 508 545. Ved denne metode genopløses caffeinet i vand på enhver egnet måde, som væske-væske-ekstraktion eller afdestillering af caffeinopløsningsmidlet som i en fordamper eller et dampdestillationsapparat. Den resulterende caffeinholdige vandige fase pH-indstilles ved tilsætning af base, således at der nås en pH-værdi på mindst 7,0. Caffeinet udvindes derpå som et værdifuldt biprodukt fra den vandige fase ved enhver egnet størkningsmetode.
- Caffeinstørkningen kan foregå ved hjælp af enhver inden for faget kendt procedure. Tre sådanne procedurer er "fryse-optøning", "udfældning" og "krystallisation". Ved fryse-optønings-metoden afkøles den vandige fase til en temperatur på omkring 0 °C eller derunder, ved hvilken temperatur den vandige fase fryser eller størkner. Når denne frosne fase får lov at opvarmes tilstrækkeligt til igen at overgå i den vandige fase, kan en fast krystallinsk caffeinmasse adskilles fra den resterende vandige fase. Jo højere temperaturen får lov at stige, f.eks. til omkring 21 °C, jo hurtigere kan krystallinsk caffein udvindes fra den resterende vandige fase. Imidlertid frembringes et lavere udbytte af krystallinsk caffein ved højere temperaturer, og dette mistede caffeinudbytte må modregnes over for den relative hurtighed af forarbejdningen.
- En anden metode til størkning af caffein er udfældningsmetoden, hvorved den caffeinholdige vandige fase afkøles til en så lav temperatur som omkring 4,4 °C og hverken omrøres eller podes. Caffeinet fælder ved denne reducerede temperatur ud som et amorpht fast stof.

En foretrukken fremgangsmåde til storkning af caffein i den vandige fase er krystallisationsmetoden. Typisk gennemføres krystallisationen af caffein ved en temperatur på fra omkring 1,7 til omkring 7,2 °C under omrøring.

5 Omrøringen foretrækkes for at forøge masseoverførslen, som resulterer i en hurtigere kontakt af caffeinmolekyler og hurtigere krystalvækst. Ved for høj en omrøringshastighed bliver imidlertid forskydningen af caffein-krystallerne overvejende med resulterende tab i caffein-

10 udvindingseffektivitet.

Det størknede caffein opnås ved enhver af de ovenstående fremgangsmåder eller enhver anden inden for faget kendt fremgangsmåde adskilles fra den vandige fase. Typisk anvendes centrifugering til at udvinde det størknede

15 caffein. Ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen er det udvundne caffein yderst rent, fordi næsten alle ikke-caffein-stofferne ekstraheret fra den vandige kaffeekstrakt er blevet udvundet separat.

EKSEMPEL

- 20 1. En ekstrakt af ristet kaffe indeholdende omkring 15 vægt-% totalt fast stof og 0,6 vægt-% caffein blev opnået fra et flertrins modstrøms-ekstraktionsbatteri med 6 trin og en fødevandstemperatur på omkring 180 °C.
- 25 2. Ekstrakten af ristet kaffe blev befriet for dens mest flygtige aromaer under et vakuum på 50,8 kPa i en plade- og -rammefordamper og yderligere koncentreret i et andet inddampningstrin til 25% opløseligt stof. De afdampede aromaer blev kondenseret og pumpet til
- 30 en destillationskolonne, hvor de blev fraktioneret. De mest flygtige aromaer blev udvundet ved toppen af destillationskolonnen og gemt til tilsætning igen til

den decaffeinerede ekstrakt inden sprøjtetørring.

3. Den afdampede ekstrakt af ristet kaffe og methylenchlorid tilførtes en Karr-kolonne i forsøgsmålestok i et vægtforhold mellem methylenchlorid og ekstrakt af ristet kaffe på 5,8:1. Karr-kolonnens arbejdsbetingelser inkluderede en temperatur på 40,6 °C, et manometertryk på 138 kPa og omrøring med 110 slag/min. Decaffeineringsgraden var over 98 vægt-% af det oprindeligt tilstedeværende caffein. Methylenchloridet, som blev udtrukket fra bunden af Karr-kolonnen, indeholdt ialt omkring 0,26 vægt-% opløselige stoffer og omkring 0,18 vægt-% caffein. Ikke-caffein-stofferne udgjorde omkring 0,08 vægt-% af den udtrukne methylenchloridstrøm.

4. Den decaffeinerede kaffeekstrakt blev befriet for resterende methylenchlorid i en lyninddamper. Lyninddamperen var af charge-typen og blev betjent i 60 minutter med ekstrakten ved 60 °C og under et vakuum, som begyndte ved omkring 16,9 kPa og gradvis forøgedes til omkring 84,7 kPa. Kaffeekstrakten indeholdt mindre end 10 ppm methylenchlorid efter afdampningstrinnet.

5. Den udtrædende methylenchloridstrøm fra trin 3 blev ført til toppen af en Karr-kolonne i forsøgsmålestok. Vand førtes til bunden af Karr-kolonnen. Begge strømme blev tilført ved 27 °C, og Karr-kolonnen blev holdt ved den samme temperatur. Vægtforholdet mellem vand og methylenchlorid var 0,6:1. Karr-kolonnen blev omrørt med 110 slag/min. Væske-væske-kontakten var tilstrækkelig i Karr-kolonnen til at udskille mere end 75% af ikke-caffein-stofferne fra methylenchloridet til den udgående vandstrøm, medens 93% af det til rådighed værende caffein blev bevaret i denne udtrædende methylenchloridstrøm. Desuden blev renheden af caffeinet i methylenchloridstrømmen forøget fra mindre end 70% til mere

end 90%.

6. Vandstrømmen indeholdende langt den overvejende mængde af ikke-caffein-stofferne blev befriet for resterende methylenchlorid i en charge-lyninddamper under betingelser, som var identiske med dem i trin 4. Vandstrømmen, som var befriet for resterende opløsningsmiddel og indeholdt ikke-caffein-stoffer, sættes derpå til den decaffeinerede ekstrakt fra trin 4, således at vægtforholdet mellem opløselige stoffer og ikke-caffein-stoffer i den kombinerede strøm var 75:1.

7. Til den kombinerede decaffeinerede ekstrakt fra trin 6 sættes de mest flygtige aromaer fra destillationskolonnen i trin 2. Denne strøm blev sprøjtetørret til et fugtighedsindhold på 2,5%.

8. Der blev fremstillet en kontrolprøve af sprøjtetørret pulver med de mest flygtige aromaer tilsat igen før sprøjtetørringen. Den blev også decaffeineret med methylenchlorid under de samme betingelser som i trin 3, men blev ikke kombineret med genvundne ikke-caffein-stoffer som i trin 5 og 6.

9. Et ekspertpanel fastslog, at det sprøjtetørrede pulver fra trin 7 havde mere fylde end kontrolpulveret fra trin 8.

P a t e n t k r a v :

1. Fremgangsmåde til fremstilling af et decaffeineret kaffeprodukt, k e n d e t e g n e t ved, at

5 (a) en vandig, caffeinholdig ekstrakt af ristet kaffe bringes i kontakt med et halogeneret caffeinopløsningsmiddel i en væske-væske-ekstraktionskolonne i et vægtforhold mellem caffeinopløsningsmiddel og ekstrakt på fra 1:1 til 10:1 ved en temperatur på fra omkring 27 til omkring 82 °C, således at mindst 90% af det i ekstrak-

10 ten indeholdte caffein overføres fra den vandige fase til caffeinopløsningsmiddelfasen, hvilken kontakt i sig selv også frembringer overførsel af en mindre mængde ikke-caffein-bestanddele af ristet kaffe fra den vandige fase til caffeinopløsningsmiddelfasen, og de to faser adskilles,

15 (b) caffeinopløsningsmiddelfasen indeholdende caffeinet og ikke-caffein-stofferne bringes i kontakt med vand i en væske-væske-ekstraktionskolonne i et vægtforhold mellem vand og caffeinopløsningsmiddelfase på fra 0,25:1 til 3:1 ved en temperatur på fra omkring 5 til omkring

20 43 °C, således at mindst 70% af ikke-caffein-stofferne overføres fra caffeinopløsningsmiddelfasen til vandfasen, medens mindst 90% af caffeinet bevares i caffeinopløsningsmiddelfasen, og de to faser adskilles,

25 (c) den decaffeinerede vandige kaffeekstraktfase fra trin (a) og vandfasen indeholdende ikke-caffein-stoffer fra trin (b) kombineres, og

(d) indesluttet opløsningsmiddel fjernes fra den separate decaffeinerede vandige kaffeekstraktfase og den separate vandfase indeholdende ikke-caffein-stofferne inden

trin (c) eller fra den kombinerede væske fra trin (c) for at frembringe et resterende opløsningsmiddelindhold i den kombinerede væske på mindre end 10 ppm.

5 2. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at der som halogeneret caffeinopløsningsmiddel anvendes methylenchlorid.

10 3. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at ekstrakten af ristet kaffe befries for flygtige aromaer under et vakuum på 16,9 - 91,4 kPa og ved en temperatur på fra omkring 43 til omkring 96 °C, inden ekstrakten af ristet kaffe bringes i kontakt med caffeinopløsningsmidlet, og de afdampede flygtige aromaer igen tilsættes en decaffeineret ekstrakt.

15 4. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at den kombinerede decaffeinerede væskestrøm fra trin (d) tørres til dannelsen af et opløseligt kaffe-produkt.

20 5. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at den kombinerede decaffeinerede væskestrøm fra trin (d) emballeres aseptisk.