[19] **المملكة العربية السعودية SA**
مدينة الملك عبدالعزيز للعلوم والتقنية

[11] رقم البراءة: ١٢٣٩
[45] تاريخ المنح: ١٤٢٧/٠٨/١٦هـ
الموافـــق: ٢٠٠٦/٠٩/٠٩م

[12] براءة اختراع

[72] **اسم المخترع:** رونالد هاري سكيف
[73] **مالك البراءة :** فيرمينيتش اس ايه
عنوانه: ١، روت ديه جيني، ١٢١١ جنيف ٨، سويسرا
[74] **الوكيل:** سليمان ابراهيم العمار

[21] **رقم الطلب:** ٠١٢٢٠١٩٩
[22] **تاريخ الإيداع :** ١٤٢٢/٠٤/١٣ هـ
الموافق : ٢٠٠١/٠٧/٠٤ م

[51] **التصنيف الدولي**[٧] :
Int. Cl.[7]:A23L 1/222

[56] **المراجع:**
براءة أمريكية ٣٨٠٩٧٥٧ ١٩٧٤/٠٥/٠٧م

اسم الفاحص: فهيد بن خلف السبيعي

[54] **اسم الاختراع:** عملية لإنتاج نكهات زيت حمضيات citrus مخفف

[57] **الملخص:** يتعلق الاختراع الحالي بعملية لإنتاج نكهات زيت حمضيات مخفف. يمكن تركيب نكهات زيت الحمضيات المخفف بواسطة عملية تشتمل على معالجة زيت حمضيات بواسطة خليط من بروبيلين جليكول propylene glycol وألكانول alkanol من C_1 إلى C_4. يمكن استخدام نكهات الزيت المخفف الناتجة كمكونات منكهة لطعم ، وتحديداً للمشروبات الصافية

١٠ عناصر حماية

عملية لإنتاج نكهات زيت حمضيات citrus مخفف

الوصف الكامل

خلفية الاختراع

يتعلق الاختراع الحالي بصناعة مكسبات الطعم flavor industry. ويتعلق أكثر تحديداً بعملية لإنتاج نكهة زيت حمضيات مخفف washed citrus oil flavor ، والتي تشتمل على معالجة زيت حمضيات بخليط من بروبيلين جليكول propylene glycol و ألكانول alkanol من C_1 إلى C_4. يتعلق الاختراع أيضاً بمشروبات صافية مزودة بطعم زيوت حمضيات مخففة كما هي مصاغة بواسطة عملية الاختراع.

لقد أدت أهمية صناعة مكسبات الطعم لزيوت الحمضيات citrus oils المختلفة إلى بحث مكثف موجه نحو طرق معالجة وتحليلات تركيبية ونوعية والاستخدام.

يمكن أن توجد بيانات تركيبية مفضلة تتعلق بزيوت الحمضيات الهامة تجارياً في عدة مراجع. لقد تم شرح قوائم شاملة لمركبات كيميائية مختلفة معينة على أنها مكونات زيوت برتقال، وحمضيات هندي grapefruit (جريب فروت)، واليوسفي tangerine ، والحمضيات، والزيزفون lime .

وتمثل خصائص إكساب الطعم لزيوت الحمضيات دالة لخصائص مكونات معينة محددة في الزيت. علاوة على ذلك، يعمل d- حمضياتين d-limonene ، والذي يعتبر المكون الرئيسي الموجود في زيوت الحمضيات، كمادة حاملة للنكهة لمركبات أخرى مؤكسجة مسئولة أساساً عن خصائص نكهة الحمضيات.

لذلك يعتبر استخلاص المركبات المؤكسجة من زيت حمضيات والمسئولة عن نكهة الحمضيات مجال اهتمام واسع لصناعة مكسبات الطعم. من المعروف جيداً في المجال أنه قد يتم تحضير عوامل إكساب الطعم بواسطة الاستخلاص من مركبات مؤكسجة ذات زيوت عديدة مرغوبة في شكل نكهة مستخلصة أو مخففة.

تستخدم صيغة نكهات الزيت المخفف المكشوف عنها في الفن السابق ماء أو بروبيلين جليكول propylene glycol كمذيبات لاستخلاص مركبات نكهة مفيدة من زيت حمضيات. على سبيل المثال، تشرح البراءة الأمريكية رقم ٣٨٠٩٧٥٢ تحضير خلاصة إكساب طعم من زيت برتقال

بواسطة استخلاص انتقائي، باستخدام مذيب بروبيلين جليكول propylene glycol و هيدروكربون hydrocarbon .

تتميز نوعية خلاصة أو غسول أساساً بانتقائية المركبات المستخلصة. بذلك يعتبر مجال البحث في صناعة مكسبات الطعم عند صياغة غسول من زيت حمضيات هو الحصول بصورة انتقائية على مركبات نكهة الحمضيات الهامة، أي، المركبات المؤكسجة oxygenated compounds مثل نيرال neral ، وجيرانيال geranial ، وأسيتات نيرال neral acetate ، وأسيتات جيرانيال geranial acetate ، وديكانال decanal ، ونوتكاتون nootkatone ، الخ. وتعتبر المتطلبات الأخرى مثل الصفاء أو نقطة الوميض flash point ضرورية للحصول على منتج زيت مخفف محسن.

وصف عام للاختراع

الآن، نستطيع اكتشاف عملية جديدة لتحضير نكهة زيت حمضيات مخفف، وذلك بدمج بروبيلين جليكول propylene glycol المستخدم في العادة لاستخلاص مركبات مؤكسدة، مع ألكانول alkanol من C_1 إلى C_4. تجعل هذه العملية من الممكن الحصول على غسول انتقائي مدهن من مركبات إكساب الطعم الهامة الموجودة في زيت الحمضيات، والتي تفي علاوة على ذلك بكل مطالب الجودة والأمان المطلوبة لمنتج مثل هذا. يتعلق الاختراع الحالي بذلك بعملية لإنتاج نكهة زيت حمضيات مخفف، والتي تشتمل على معالجة زيت حمضيات بواسطة خليط من بروبيلين جليكول propylene glycol وألكانول alkanol من C_1 إلى C_4. في نموذج مفضل يتم اختيار الألكانول alkanol من المجموعة المكونة من إيثانول ethanol و أيزو بروبانول isopropanol .

تتيح عملية الاختراع بصورة مفيدة الحصول على نكهات زيت حمضيات مخفف تفي بأهداف الصفاء ونقطة الوميض ومستوى الاستخدام المطلوبة في المجال. يكون للغسولات المتحصل عليها بواسطة العملية طبقاً للاختراع نقطة وميض أكبر من ١٠٠ ف (٣٨ م) (أي أنها تنتمي إلى سوائل الفئة I) وصفاء عند الاختلاط بالماء ولها شكل خفيف ونظيف مع المقدار الضئيل لنكهة الفاكهة من ٠,٠٥ إلى ٠,٢٪، ومن المفضل عند مستوى استخدام ٠,١٪. علاوة على ذلك، يبين تحليل نكهات زيت الحمضيات المخفف المصاغة بصورة مناظرة مع أو بدون استخدام الألكانول alkanol من C_1 إلى C_4 بصورة واضحة أن الغسولات المنتجة باستخدام بعض الألكانول

alkanol تفوق تلك المصنوعة مع بروبيلين جليكول propylene glycol بمفرده. سوف يتم توضيح هذه النتيجة في جداول المقارنة التالية، في حالة الإيثانول ethanol .

بصورة غير متوقعة، وبالإضافة إلى الحقيقة أن الألكانولات alkanols من C_1 إلى C_4 مكافئ من وجهة نظر نقطة وميضها المنخفضة، فقد أصبحنا قادرين على تحسين صياغة زيوت الحمضيات المخففة باستخدام ألكانول alkanol عند المستوى الصحيح لاستخلاص المركبات المؤكسجة مع الوفاء بقيود نقطة الوميض.

يمكن أن تتغير نسبة ألكانويل المستخدمة في استخلاص الخليط مع بروبيلين جليكول propylene glycol في مدى معين من القيم. بصورة نمطية يمكن أن تشتمل على ما بين ٣ و١٠٪ وتشتمل بصورة مفضلة على ما بين ٥ و٧٪ من الوزن الكلي للتركيبة المشتملة على زيت الحمضيات وبروبيلين جليكول propylene glycol والألكانول alkanol .

كما هو مشار إليه من قبل، من بين مركبات الألكانول alkanol من C_1 إلى C_4، يتم تفضيل إيثانول ethanol وأيزو بروبانول isopropanol .

قد يكون منتج البداية لعملية الاختراع أي زيت حمضيات lemon oil متاح تجارياً، في صورة زيت مضغوط بارد cold pressed oil ، أو زيت مطوي folded oil ، على سبيل المثال. تشتمل أمثلة غير محدودة من زيوت حمضيات lemon oil يمكن استخدامها لعملية الاختراع على زيوت حمضيات وتوت berry وبرتقال orange وحمضيات هندي (جريب فروت grapefruit) ويوسفي tangerine وزيزفون lime ، والبرتقال الذهبي kumquat والمندرين mandarin والبرجموت bergamot وزيوت أساسية أخرى أو خليط منها.

قد يتم توضيح انتقائية نظام الاستخلاص بواسطة المقارنة بين غسولات الحمضيات المصنوعة مع بعض الإيثانول ethanol ونكهات الزيت المخفف المصنوعة مع ٧٥٪ بروبيلين جليكول propylene glycol : ٢٥٪ زيت إكساب طعم، أي خالي من الإيثانول ethanol .

تقارن الجداول التالية الغسولات المتحصل عليها مع بروبيلين جليكول propylene glycol مدمج إيثانول ethanol ، وتلك المتحصل عليها مع بروبيلين جليكول propylene glycol بمفرده.

ر جدول ١ النتائج لغسول حمضيات بينما يذكر جدول ٢ النتائج لغسول جريب فروت.

جدول ١

النسبة المئوية			
المركبات	زيت حمضيات *	غسول حمضيات ٨٣٪ PG، ٦٪ EtOH، ١١٪ زيت	غسول حمضيات ٧٥٪ PG ٢٥٪ زيت
فيلاندرين Phellandrene	٠,٧٥	٠,٣٩	٠,٣٦
α بينين Pinene	٣,٣٢	٢,١٠	١,٥٢
كامفين Camphene	٠,١٧		
سابيين Sabinene		٢,٣٠	١,٨٠
β بينين Pinene	١٩,٦٨	١٦,١٠	١٠,٤٣
ميرسين Myrcene	٢,٤٥	١,٥٦	١,٦١
حمضياتين Limonene	٥٢,٧٠	٥٦,٤١	٥٧,٢٦
أوكسيمين oximene (IFF)	٠,٤٨	٠,٣٧	٠,٤٢
γ- تربينين Terpinene	١,٦٧	٨,٤٣	٧,٨٦
α- تربينولين Terpinolene	٠,٦٧	٠,٥٦	٠,٥٣
نونال Nonanal	٠,٢٧	٠,٢٩	٠,١٥
لينالول Linalol	٠,١١	٠,٢٣	١,٨٤
سيترونيلال Citronellal	٠,١١		
α- تربينيول Terpineol	٠,٢٢	٠,٣٥	٣,٣١
ديكانال Decanal	٠,١٢		
نيرال Neral	١,٥٣	٠,٦١	٠,٦٨
جيرانيال Geranial	٢,٤٩	٠,٥٩	٠,٣٠
أرنديكانول Undecanal	أقل من ٠,٠٥		
أسيتات سيترونيلليل Citronellyl acetate	٠,٠٦		
اسيتات نيرال Neryl acetate	١,٢٥	١,١٤	٠,٦٦
أسيتات جيرانيل Geranyl acetate	٠,٧٥		
كاريوفيللين Caryophyllene	٠,٤٦		
نيرال/ Pg أسيتال Neral/pg acetal		١,٤٨	٢,٣١
سكوينتربين sesquiterpene	٠,٧٠		
نيرال/ Pg أسيتال Neral/pg acetal		٠,٩٥	١,٥٠
جيرانيال/ Pg أسيتال Geranial/pg acetal		٣,٢٩	٤,٢٣
جيرانيلا/ Pg أسيتال Geranial/pg acetal		٢,٢٦	٢,٩٤
β- بيسابولين Bisabolene	١		

* المصدر: Firmenich Citrus Center, Florida, U. S. A

جدول ٢

النسبة المئوية			
المركبات	زيت جريب فروت * Grapefruit	غسول جريب فروت PG ٨٣٪ EtOH ٦٪ زيت ١١٪	غسول جريب فروت PG ٧٥٪ زيت ٢٥٪
α- بينين Pinene	٠,٥٢	٢,٠٨	
سابينين Sabinene	٠,٣١		
ميرسين Myrcene	٢,٥١		
حمضياتين Limonene	٧٥,٠٤	٨٠,٥٥	
يفوسيمين Iffocimene	٠,٥١	٠,٧١	
نونانال Nonanal	٠,٣٥	٠,٣٩	
لينالول Linalol	٠,٦٨	٠,٨٥	
أكسيد ليمونين Limonene oxide	٠,٣١		
سيترونيلال Citronellal	٠,٥١		
α- تربينيول Terpineol	٢,١٣	٢,٥١	٣٩,٧٤
ديكانال Decanal	٢,٦٢	٣,١٤	
أوكتيل أسيتات Octyl acetate	٠,٥٨	٠,٤٧	
نيرال Neral	٠,٤٠		
جيرانيال Geranial	٠,٤٧		
نيريل أسيتات Neryl acetate	٠,٠٨		
جيرانيل أسيتات Geranyl acetate	٠,٣٧		
α- كوباسين Copaene	٠,٩٦		
β- كوباسين Cubebene	٠,٨٩		
كاريوفيللين Caryophyllene	٢,٦٠	٠,٨٤	
α- هونولين Humulene	٠,٤٣		
Pg كادينين Cadinene		٠,٩٠	
δ كادينين Cadinene	٠,٨٨		
نوتكاتون Nootkatone	٢,٨٦	٣,٤٠	
α- كومارين Coumarin	٠,٦٩	٢,١٠	٦٠,٣٦
α- بنزو بيرانون Benzopyranone	٣,٣١	٢,٠٥	

* المصدر: Firmenich Citrus Center, Florida, U. S. A

يمكن بسهولة الاستنتاج من النتائج المدونة في الجداول السابقة أن استخدام بعض الإيثانول ethanol يكون مفيداً في استخلاص مركبات إكساب الطعم الهامة (أي المركبات المؤكسجة مثل نيرال neral ، وجيرانيلا geranial ، ونيرال أسيتات neral acetate ، وجيرانيال أسيتات geranial acetate ، وديكانال decanal ، ونوتكاتون nootkatone ، الخ) من زيت الحمضيات citrus oil.

يتعلق الاختراع أيضاً بطريقة لإضفاء أو تحسين أو تعزيز أو تعديل خصائص إكساب الطعم لتركيبة إكساب الطعم أو منتج مُكسَب الطعم، والتي تشتمل على إضافة نكهة زيت حمضيات مخفف إلى التركيبة أو المنتج المذكورين، بواسطة عملية الاختراع.

هدف آخر للاختراع هو تركيبة إكساب طعم أو منتج مُكسَب الطعم مثل مشروب صاف، تشتمل على نكهة زيت حمضيات مخفف كمكون إكساب نكهة فعال، وتشتمل نسبة الأخير على ما بين ٠,٠٥ و٠,٢٪ من الوزن الكلي للتركيبة.

الوصف التفصيلي

سوف يتم الآن توضيح الاختراع بطريقة أكثر تفصيلاً في المثال التالي حيث يتم بيان درجات الحرارة بالدرجات المئوية ويكون للاختصارات المعنى المعتاد في المجال.

مثال رقم (١)

إجراء المعالجة العام لإنتاج نكهة زيت حمضيات مخفف

قم بتشغيل الثلاجة إلى -٨ °م

قم بإضافة الكمية المرغوبة من زيت النكهة إلى خزان خلط في درجة حرارة ١٠-١٢ ° تقريباً

قم بإضافة الكمية المرغوبة من ألكانول alkanol إلى خزان خلط عند درجة ١٠-١٢ ° تقريباً

قم بخلط الزيت وألكانول alkanol مع تقليب شديد لمدة ٢٠ دقيقة. (قم بضبط التقليب لتجنب فقاعات الهواء).

قم بإيقاف التقليب

قم بإضافة الكمية المرغوبة من بروبيلين جليكول propylene glycol إلى خزان خلط في درجة حرارة ٢١ ° يجب أن تكون درجة حرارة محتويات الخزان بين ١٩ - ٢٣ ° .

قم بتشغيل التقليب وقم بالخلط بشدة، بدون دمج هواء في المحلول، لمدة ٢٠ دقيقة. خفف التقليب إلى ١٠ – ١٥ لفة في الدقيقة

قم بتشغيل غلاف تبريد خزان الخلط

قم بالتحديد لمدة ساعة واحدة تقريباً مع تقليب مخفض (أي، ١٠–١٥ لفة في الدقيقة).

٥ قم بإيقاف التقليب عندما تصل درجة الحرارة إلى صفر – ٥ ° .

استمر في تبريد محتويات الخزان لمدة ٣ ساعات إضافية إلى – ٢ ° تقريباً إلى صفر بدون تقليب

قم بتشغيل التبريد لغلاف خزان منتج الدمج

قم بدمج محتويات الخزان خلال مرشح Pall خمسة ميكرون وواحد ميكرون بمعدل ٢,٦ – ٣ كجم/ دقيقة. (اختيارياً: قد يتم الطرد المركزي خلال جهاز الطرد المركزي Westfalia. ويتم
١٠ تفضيل طرد مركزي سائل – سائل).

قم بصفق المحتويات في خزان منتج وسيلة الدمج لمدة ساعتين في درجة -٢ ° إلى صفر

قم بتشغيل سائل التبريد إلى غلاف خزان المنتج النهائي

يكون المنتج صافياً في تطبيق مشروب، من ٠,٠٥ إلى ٠,٢٪ مستوي استخدام عند ٣ ° .

<u>إنتاج النكهة</u>

١٥ بمجرد أن يتم تعيين إجراءات صياغة ومعالجة المنتج، تم إنتاج النكهات التالية، مع خليط من بروبيلين جليكول propylene glycol وإيثانول ethanol :

نكهة زيزفون طبيعية * lime flavor

نكهة جريب فروت وردي طبيعية * pink grapefruit

نكهة جريب فروت طبيعية *

٢٠ نكهة برتقال طبيعية *

نكهة حمضيات طبيعية *

أصل الزيت: Firmenich Citrus Center, Florida, U. S. A

يذكر جدول ٣ تركيب غسولات حمضيات.

جدول ٣

	زيزفون	جريب فروت وردي	جريب فروت	برتقال	حمضيات
بروبيلين جليكول propylene glycol [٪]	٨٣,٣	٨٣,٣	٨٣,٣	٨٣,٣	٨٣,٣
ماء منزوع الأيونات Deionized [٪]	صفر	صفر	صفر	صفر	صفر
ماء [٪]					
إيثانول ethanol [٪]	٦,٣	٦,٣	٦,٣	٦,٣	٦,٣
مستوى الزيت [٪]	١٠,٤	١٠,٤	١٠,٤	١٠,٤	١٠,٤
نقطة الوميض Flashpoint [.ف]	١٠٠	١١١	١٠٢	١٠٢	١٠٢

وقد تم تصميم تكهات الزيت المستخلصة وذلك بشكل تتابعي استناداً الى آراء الخبراء المختصين في مجال النكهة ، مع مقارنتها بالنكهات الاخرى الناتجة بالاستخلاص ، وذلك وفق الطريقة المذكورة عاليه ولكن مع استخدام ٧٥٪ فقط من البروبيلين جليكول propylene glycol و ٢٥٪ من زيت النكهة . وهناك اتجاه الى تفضيل المستخلصات المذكورة في جدول ٣ والتي تم تقييم خواصها الحسية على انها تفوق تلك الخواص بنكهات الزيت المستخلصة بدون ايثانول ethanol. وتتوافق تلك النتائج مع تحليلات الحمضيات والجريب فروت المذكورة في الجدول ١ ، والجدول ٢ على التوالي .

عناصر الحماية

١-١ عملية لإنتاج نكهة زيت حمضيات citrus مخفف، والتي تشتمل على معالجة زيت حمضيات بخليط من بولي إيثيلين جليكول propylene glycol وألكانول alkanol من C_1 إلى C_4.

٢-١ العملية وفقاً لعنصر الحماية (١)، حيث يتم اختيار الألكانول alkanol من المجموعة المكونة من إيثانول ethanol وأيزو بروبانول isopropanol .

٣-١ العملية وفقاً لعنصر الحماية (١)، حيث يكون لنكهة زيت الحمضيات citrus المخفف نقطة وميض flash point أكبر من ١٠٠ ف.

٤-١ العملية طبقاً لعنصر الحماية (١)، حيث يتم اختيار زيت الحمضيات citrul من المجموعة المكونة من ليمون lemon أو توت berry أو برتقال orange أو جريب فروت grapefruit أو يوسفي tangerine أو زيزفون lime أو البرتقال الذهبي kumquat أو المندرين mandarin أو برجموت bergamot أو خليط منها.

٥-١ عملية طبقاً لعنصر الحماية (١)، حيث تتم معالجة ٥ إلى ١٥٪ من زيت الحمضيات citrus بواسطة ٧٥ إلى ٩٠٪ من بروبيلين جليكول propylene glycol و٣ إلى ١٠٪ ألكانول alkanol .

٦-١ طريقة لإضفاء أو تحسين أو تعزيز أو تعديل خصائص إعطاء النكهة لتركيبة المنكهةأو المنتتج ذي النكهة ، والتي تشتمل على إضافة إلى التركيبة أو المنتج المذكورين نكهة زيت حمضيات citrus مخفف طبقاً لعنصر الحماية (١).

٧-١ عملية لإنتاج نكهة زيت حمضيات citrus مخفف تحتوي على كميات زائدة من مركبات مشبعة بالأكسجين، وتشتمل على معالجة زيت الحمضيات citrus بواسطة خليط من بروبيلين جليكول propylene glycol وألكانول alkanol من C_1 إلى C_4، حيث تتم معالجة ٥ إلى ١٥٪ من زيت الحمضيات بواسطة ٧٥

إلى ٩٠٪ من بروبيلين جليكول propylene glycol و٣ إلى ١٠٪ ألكانول alkanol .

٨- العملية طبقاً لعنصر الحماية (٧)، حيث يتم اختيار الألكانول alkanol من المجموعة المكونة من إيثانول ethanol وأيزو بروبانول isopropanol .

٩- العملية طبقاً لعنصر الحماية (٧)، حيث تشتمل المركبات المشبعة بالأكسجين على واحد أو أكثر من نيرال neral ، وجيرانيلا geranial ، ونيرال أسيتات neral acetate وجيرانيال أسيتات geranial acetate ، وديكانال decanal ، ونوتكاتون nookatone .

١٠- العملية طبقاً لعنصر الحماية (٧)، حيث يتم اختيار زيت الحمضيات citrus من المجموعة المكونة من ليمون lemon أو توت berry أو برتقال orange أو جريب فروت grapefruit أو يوسفي tangerine أو زيزفون lime أو البرتقال الذهبي kumquat أو المندرين mandarin أو برجاموت bergamot أو خليط منها.