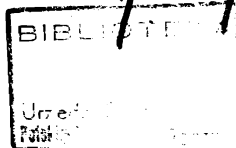


I września 1927 r.

URZĄD PATENTOWY



A23 f 1/10



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 6015.

Kl. 53 d 3.

Internationale Nahrungs-u. Genussmittel-Aktiengesellschaft
(Schaffhausen, Szwajcaria).

Sposób wydzielania substancyj aromatycznych z kawy palonej.

Zgłoszono 9 stycznia 1926 r.

Udzielono 2 października 1926 r.

Pierwszeństwo: 23 stycznia 1925 r. (Niemcy).

Oddawna starano się wydzielić substancje aromatyczne z kawy palonej, jednakże wszystkie usiłowania te okazały się bezskutecznymi. Starano się już różnymi sposobami oddzielić te substancje. Zmieloną paloną kawę ekstrahowano rozmaitemi rozpuszczalnikami, aby po ich odparowaniu, otrzymać substancje aromatyczne. W ten sposób postępowali Robiquet i Boutron (Pharm. Centralblatt 1837 str. 410; Journ. de Pharmacie 1837, Mairs, 101 — 109), a dalej Cech (J. pr. Ch. 22, 395 (1880)). Metoda ta nie jest jednak odpowiednia, ponieważ zapomocą tych rozpuszczalników ekstrahuje się nietylko substancje aromatyczne, lecz także wiele innych produktów, jak np. tłuszczy i oleje, których potem nie

można oddzielić; a głównie odpędzenie wielkich ilości rozpuszczalnika, potrzebnego do ekstrakcji, przedstawia przy tych sposobach duże trudności, ponieważ część substancyj aromatycznych jest bardzo lotna. Próbowano również wydzielać substancje aromatyczne ze sproszkowanej kawy wprost przez ogrzewanie, (Lampadius, Pharm. Centralblatt 1832, str. 225; Erdmann's Journ. XIII, 1—18, 164—166, 1832); sposób ten również nie okazał się właściwy, ponieważ substancje aromatyczne w wysokich temperaturach przeważnie ulegają rozkładowi i są zanieczyszczone produktami rozkładu, powstającymi przy silniejszym ogrzewaniu kawy. Wielu badaczy starało się dla odpędzenia substancyj aromatycz-

nych wyzyskać ich lotność z parą wodną. Payen (Compt. rend. 22, 724, 1846; Compt. rend. 23, 8 i 244, 1847; Annal. chim. et phys. 3, 26, 108, 1849) destylował w ten sposób silnie rozwodniony wyciąg kawy i otrzymaną w ten sposób substancję aromatyczną opisuje, jako olej. Z nowszych prac warto wymienić obszerną pracę Ernesta Erdmann'a (Ber. d. deutsch. chem. Ges. 35, 1846, 1902), który kawę paloną traktował parą wodną i w ten sposób odpędzał substancje aromatyczne. W ten sam sposób postępowali: Grafe (Wiener Monatshefte 33, 1389; Chem. Centralblatt 1913, I, 1051) i ostatecznie Bertrand i Weissweiler (Compt. rend. 157, I, 212, 1913; Chem. Centralblatt 1913, II, 1146; Chem. Centralblatt 1914, I, 789). Jednakże i ten sposób nie nadaje się do racjonalnego otrzymywania substancyj aromatycznych z kawy, ponieważ wymaga zbyt wielkiej ilości pary wodnej, a także i z tego powodu, że późniejsze oddzielenie bardzo małych ilości odpędzonych substancyj od wody jest w praktyce prawie niewykonalne.

Dalej angielskie druki patentowe Nr 19 882 z roku 1889 i Nr 17 363 z roku 1891 oraz patent francuski Nr 321 981 zawierają wskazówki do otrzymywania substancyj aromatycznych z kawy, mianowicie zalecają ogrzewanie zmielonej palonej kawy w próżni. W ten sposób substancje aromatyczne zostają odpędzone, pary zostają skroplone w chłodnicach, chłodzonych wodą, a skroplone w ten sposób substancje aromatyczne zbierają się w odbieralnikach. W druku patentowym angielskim Nr 17 363 wspomniano prócz tego, że odbieralniki dobrze jest ochładzać do -20°C .

Badania wynalazców, dotyczące natury i sposobu otrzymywania substancyj aromatycznych z kawy dowiodły, że wszystkie wyżej wspomniane sposoby nie nadają się do całkowitego wyosobnienia tych substancyj. Również przy sposobie ostatnio wymienionym przy ogrzewaniu kawy palonej

w próżni i zagęszczaniu substancyj aromatycznych w chłodnicach traci się istotne części aromatyczne, ponieważ substancje, wywołujące specjalnie miły aromat kawy, są zbyt lotne, aby je można było otrzymać w tych warunkach. Dla wyosobnienia wszystkich substancyj aromatycznych z kawy, należy, po odpędzeniu ich w próżni przez ogrzewanie, ochładzać je o wiele niżej, niż dawniej sądzono a mianowicie aż do -80°C a nawet do -180°C . Sposobu tego nie stosowano, ponieważ nie zorientowano się w składzie substancyj aromatycznych i jako istotne według poczynionych spostrzeżeń uważano części względnie trudno lotne; tak np. E. Erdmann (Ber. 35, 1846 (1902), jako charakterystyczny dla aromatu kawy przyjmuje bezbarwny olej, zawierający azot, o punkcie wrzenia 93° przy 13 mm ciśnienia. Przez zastosowanie szczególnie niskich temperatur do zęszczania można otrzymać wszystkie substancje, wywołujące aromat. Ze związków łatwo lotnych, których dawniej nie można było otrzymać, można wymienić następujące: alifatyczne o-dwuketony, jak dwuacetyl, dalej aldehydy alifatyczne jak aldehyd octowy i metyloetyloacetaldehyd, przyczyniające się znacznie do wywołania aromatu.

Można oczywiście wpaść na pomysł, żeby lotność substancyj aromatycznych obniżyć, przez odpędzenie ich z kawy pod ciśnieniem atmosferycznym, poczem dla zęszczania par wystarczałoby chłodzenie wodą albo lodem. Ale w tych warunkach koniecznym jest ogrzewanie do wysokiej temperatury, przyczem wyżej wymienione wrażliwe substancje aromatyczne częściowo ulegają rozkładowi tak, że wydajność znacznie się zmniejsza i otrzymany produkt nie ma całkowitego aromatu kawy.

Natomiast zapomocą niniejszego sposobu udaje się przez ogrzewanie kawy w próżni całkowicie wydzielić substancje aromatyczne i zagęścić je wyżej wymienionym sposobem.

Przy ogrzewaniu palonej kawy w próżni ulatniają się substancje aromatyczne z niewielką ilością wody, zawartej w kawie. Główna ilość wody skrapla się oczywiście w pierwszym odbieralniku, oziębianym lodem, podczas gdy lotniejsze substancje aromatyczne przechodzą do dalszych odbieralników i tam się zatrzymują. Przez zmieszanie zawartości poszczególnych odbieralników otrzymuje się mieszaninę o aromacie zupełnie nieróżniącym się od aromatu kawy, ponieważ zawiera wszystkie jego składniki; czego nie można było osiągnąć zapomocą dawniejszych sposobów.

Dla całkowitego odpędzenia substancji aromatycznych z kawy palonej można podczas opróżniania aparatu destylacyjnego wprowadzać niewielkie ilości pary wodnej albo też można dodawać wodę do aparatu przy odpowiednim mieszanii. Można również przed ogrzewaniem nieco nawilżyć kawę przez dodatek 1 do 5% wody; gdy następnie taką nawilżoną kawę ogrzewać w próżni, to substancje aromatyczne zostają całkowicie odpędzone i można je zbierać w chłodzonych odbieralnikach.

Już dawniej dla otrzymywania substancji aromatycznych z kawy stosowano wprowadzanie pary wodnej względnie ogrzewanie (patent angielski Nr 3 437 (1879 i 21 019 1890). Dla całkowitego otrzymania substancji aromatycznych czyli substancji łatwo lotnych również i przy tym sposobie pracy należy stosować dużo silniejsze chłodzenie, niż to jest potrzebne do skroplenia wody, należy więc za urządzeniem, skraplającym wodę przez oziębianie lodem, włączyć urządzenia chłodzące do temperatury poniżej -20° . Również i tutaj, opierając się na dawniejszych spostrzeżeniach nie można było przewidzieć korzyści z nowego sposobu, ponieważ uważano, że substancje aromatyczne o wiele łatwiej się skraplają.

Ostatecznie można także, po odpędzeniu w próżni pierwszych łatwo lotnych sub-

stancji aromatycznych, jeszcze zupełnie suchą kawę na nowo potraktować niewielką ilością wody i na nowo poddać działaniu próżni, przyczem substancje aromatyczne zostają całkowicie odpędzone. Zabieg ten oczywiście można powtarzać kilkakrotnie.

Wysokość temperatury, do której należy ogrzewać paloną kawę dla wydalenia substancji aromatycznych, zależy od stopnia próżni, im mniejsze jest ciśnienie w urządzeniu, tym niżej trzeba ogrzewać kawę. Przy pracy w niskiej temperaturze i dobrej próżni wydajność i jakość substancji aromatycznych są szczególnie zadawalające. Jeśli np. w aparacie panuje próżnia od 2 do 5 mm, to dla odpędzenia substancji aromatycznych wystarcza temperatura od 100 do 110°C .

Dalsze oczyszczanie substancji aromatycznych, odpędzonych z palonej kawy i skroplonych w urządzeniach chłodniczych, łatwo skutecznie bez ich rozkładu i zmiany, ponieważ pozostaje do wykonania tylko usunięcie względnie niewielkiej ilości wody. Oddzielenie to można przeprowadzić zapomocą niewielkich ilości nisko wrzących rozpuszczalników, jak benzol, eter, eter naftowy, chloroform, chlorometyl i chloroetyl, nie mieszających się z wodą i nie wioływających na aromat. Produkty, wywołujące aromat kawy, przechodzą do organicznego rozpuszczalnika i po jego oddestylowaniu można je otrzymać zpowrotem. Można przytem usunąć szkodliwe dla aromatu domieszki drogą chemiczną albo fizyczną, np. przez kilkakrotne wytrząsanie z wodą albo przez traktowanie węglanem lub dwuwęglanem dla usunięcia kwasów np. kwasu octowego, szkodliwych dla zapachu i działających rozkładająco na substancje aromatyczne kawy.

Substancje aromatyczne można również ekstrahować z wody zapomocą olejów lub tłuszczów. Tłuszcze, nasycone substancjami aromatycznymi można bezpośrednio stosować do odpowiednich celów.

Poza tem dla oddzielania substancyj aromatycznych można skropliny, to jest mieszaninę substancyj aromatycznych z wodą destylować ewentualnie przepuszczając strumień pary wodnej. Korzystnie jest przytem pracować w próżni, ponieważ substancje aromatyczne szczególnie łatwo dają się oczyścić przez powtórna destylację z parą wodną w próżni i oddzielić od innych nieznacznych zanieczyszczeń. Po tej destylacji same przez się łatwo oddzielają się od wody, albo też można je oddzielić od pary wodnej przez dodanie rozpuszczalników, tłuszczów albo olejów.

Można wreszcie połączyć oba sposoby i tylko łatwołotne substancje aromatyczne odpędzać albo w próżni albo z parą wodną, albo też z parą wodną z zastosowaniem próżni i zbierać w chłodzonych odbieralnikach, zaś części trudno lotne można ekstrahować zapomocą rozpuszczalników i tłuszczów i w ten sposób oddzielać od wody.

Substancje aromatyczne, otrzymane jednym lub drugim sposobem przedstawiają, zależnie od sposobu otrzymywania, olej zabarwiony na kolor żółty, aż do brązowego, mocno pachnący paloną kawą. Wytwory te w stanie czystym, albo zmieszane z organicznymi rozpuszczalnikami można dodawać do płynnych lub stałych produk-

tów spożywczych dla nadania im zapachu palonej kawy. Można w tym celu stosować także i skropliny (kondensaty) wraz z wodą bez uprzedniego jej oddzielenia. Można wreszcie użyć do tego celu olejów i tłuszczów nasyconych substancjami aromatycznymi kawy z zastosowaniem sposobów wyżej przytoczonych.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wydzielania substancyj aromatycznych z kawy palonej przez ogrzewanie jej w próżni, znamienny tem, że dla całkowitego skroplenia odpędzonych w ten sposób substancyj aromatycznych stosuje się temperatury poniżej -20° .

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że podczas ogrzewania w próżni wprowadza się jednocześnie parę wodną albo dodaje się mieszając niewielkie ilości wody.

3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że paloną kawę miesza się przed ogrzewaniem z niewielką ilością wody i wtedy dopiero ogrzewa w próżni.

Internationale Nahrungs- u.
Genussmittel-Aktiengesellschaft.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

BIBLIOTEKA