



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 27.IX.1963 (P 102 645)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 22.VIII.1967

Kl. ~~23 a, 6~~

MKP ~~911~~
A23 1/26

UKD

Twórcy wynalazku Stanisław Szczepanik, Warszawa (Polska), Jerzy
i Łapka Warszawa (Polska), Lucjan Długokęcki, War-
Właściciele patentu: szawa (Polska)

Sposób otrzymywania esencji spożywczych aromatycznych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania esencji spożywczych aromatycznych ciekłych, charakteryzujących się pełnym, naturalnym bukiem zapachowym.

W znanych dotychczas sposobach wytwarzania esencji spożywczych aromatycznych sporządza się układ dwuskładnikowy ciekły złożony z bazy zapachowej, jako jednego składnika, oraz z rozcieńczalnika obojętnego, lub prawie obojętnego zapachowo, jako drugiego składnika. Stosunek zawartości bazy zapachowej do zawartości rozcieńczalnika w omawianym układzie jest zmienny i zależy od zamierzonej w procesie wytwarzania wydajności zapachu esencji. Im większa jest zawartość bazy zapachowej, tym większa jest wydajność zapachowa otrzymanej esencji.

Pod pojęciem bazy zapachowej rozumie się odpowiednio dobraną mieszaninę substancji zapachowych pochodzenia naturalnego oraz/lub substancji zapachowych pochodzenia naturalnego wzmocnionych, zwanymi olejkami wielokrotnymi, oraz/lub substancji syntetycznych.

Pod pojęciem rozcieńczalnika stosowanego do wytwarzania ciekłych esencji spożywczych aromatycznych rozumie się każdą dopuszczoną jako produkt jadalny substancję ciekłą jedno- lub wieloskładnikową, która w temperaturze pokojowej tworzy z bazą zapachową układ jednofazowy ciekły. Rozcieńczalniki mogą mieć zarówno wyższą jak i niższą temperaturę wrzenia od tempe-

2

ratury wrzenia bazy zapachowej. Najczęściej stosowanymi rozcieńczalnikami są substancje jednoskładnikowe takie jak: alkohol etylowy, alkohol izopropylowy, benzoesan benzylu; lub substancje dwuskładnikowe, złożone z alkoholu etylowego i wody, alkoholu izopropylowego i wody; lub trójskładnikowe, złożone z alkoholu etylowego, gliceryny i wody i tym podobne.

Praktyka wskazuje, że przy najbardziej precyzyjnych metodach dozowania olejków eterycznych w procesie preparowania baz zapachowych otrzymuje się wprawdzie zamierzoną wydajność zapachową, jednak aromat ich daleko odbiega od naturalnego, zapachu typowego np. dla skórek owoców cytrusowych lub takiego jak zapach leseczki waniliowej, cynamonu lub też owoców malin, wiśni, ananasów itp. Esencje takie są tym samym 10 15 20 25 30 złej jakości, ponieważ nie sama wydajność zapachowa, ale również rodzaj aromatu i ich bukiety stanowią o jakości.

Brak naturalnego aromatu w esencjach produkowanych w znany dotychczas sposób wynika stąd, że z wielu owoców, a do takich należą np. 25 30 wiśnie, maliny, jabłka, ananasy itp., nie udaje się dotychczas otrzymać olejków zapachowych.

Ponadto olejki zapachowe pochodzenia naturalnego, uzyskiwane z takich części roślin jak skórki owoców cytrusowych, kora cynamonu, leseczki waniliowej itp. daleko odbiegają od zapachów 30 owoców, naowocni, liście lub korzeni, z których

są otrzymywane. Przyczyną tego jest to, że olejki naturalne są otrzymywane metodą ekstrakcji połączoną z regeneracją rozpuszczalnika przez odparowanie i następnie przez destylację pozostałości z parą wodną pod ciśnieniem normalnym lub zmniejszonym. W czasie destylacji uciekają przede wszystkim najbardziej lotne, a częściowo również trudniej lotne składniki naturalnych olejków eterycznych, przy czym olejki tracą część bukietu zapachowego i naturalny zapach, charakterystyczny dla odpowiednich części roślin.

Uszlachetnianie olejków eterycznych poprzez ich częściowe lub całkowite odterpenowywanie czyni ich zapachy bardziej odbiegającymi od zapachów naturalnych, charakterystycznych dla surowców (naowocni, owoców, kory, liści itp.), z których są otrzymywane.

Sztuczne olejki eteryczne są prostymi związkami chemicznymi takimi jak estry, eter, aldehydy itp.; stąd też ich zapachy są z reguły również proste, surowe. Nie udało się dotychczas uzyskać na drodze syntezy i preparowania ani takich olejków, jakie bądź znajdują się w stanie naturalnym w tych surowcach zapachowych (np. w malinach, wiśniach itp.), z których nie udaje się jeszcze uzyskać olejków naturalnych; ani też takich, które znajdują się w surowcach zapachowych, z których są uzyskiwane olejki; ani też tej części olejków, którą traci się w procesie ich uzyskiwania. Trudności te wynikają stąd, że dotychczas nie jest znany skład chemiczny olejków znajdujących się w naturalnych surowcach zapachowych. Dlatego też brak jest do chwili obecnej substancji, które mogłyby być użyte do uzupełnienia bukietu baz zapachowych uzyskiwanych dotychczas.

Brak omawianych składników bukietowych usuwa się częściowo w ten sposób, że przyrządza się oddzielnie wyciągi alkoholowo-wodne z kwiatów, naowocni, owoców, liści itp., zawierające olejki eteryczne i dodaje je następnie jako składniki uzupełniające od roztworów — baz zapachowych w rozpuszczalnikach organicznych lub organiczno-wodnych (np. alkoholowo-wodnych).

W wyniku przeprowadzonych doświadczeń stwierdzono, że i ta metoda ma szereg istotnych wad. Najpoważniejszą wadą jest to, że podczas pierwszej ekstrakcji przechodzi do wyciągu tylko część olejków eterycznych. Dla wydobywania pozostałych olejków eterycznych konieczne jest dwukrotnie lub trzykrotnie powtórzenie procesu ekstrakcji, przy czym rodzaj zapachu każdego z wyciągów jest odmienny. W celu uzyskania jednolitego odcienia zapachu, ekstrakty miesza się ze sobą, co przedłuża znacznie proces produkcyjny, ponieważ każdy proces ekstrakcji trwa przeciętnie dwa tygodnie. Ponadto uzyskuje się tak duże ilości ekstraktu, że występuje jego nadmiar w stosunku do bukietowanej bazy zapachowej, co uniemożliwia uzyskanie esencji o większej wydajności zapachu i o pełnym naturalnym bukiecie zapachowym. W konsekwencji uzyskuje się esencje spożywcze aromatyczne niezadawalającej jakości.

Niedogodności te usuwa sposób według wynalazku, który polega na tym, że surowce roślinne takie, jak liście, kwiaty, łodygi, kłaczce, naowocnie,

owoce lub ich mieszaniny, zawierające olejki eteryczne, ekstrahuje się ciekłymi roztworami dwuskładnikowymi, złożonymi z bazy zapachowej jako jednego składnika i rozcieńczalnika organicznego lub organiczno-wodnego jako drugiego składnika. W sposobie według wynalazku stosuje się do ekstrakcji roztwory bazy w rozpuszczalniku zawierające do 50% bazy, przy czym w przypadku układów o ograniczonej rozpuszczalności baz w rozpuszczalniku stosuje się roztwory o stężeniu aż do stanu nasycenia roztworu bazy w rozpuszczalniku, jednak z wyłączeniem roztworów o stężeniu wyższym niż 50% bazy.

Stwierdzono, że roztwory baz w rozpuszczalnikach o podanym wyżej stężeniu zapewniają całkowite wyekstrahowanie nawet najbardziej lotnych składników olejków eterycznych, znajdujących się w ekstrahowanych surowcach roślinnych.

Rodzaj i udział procentowy składników bazy zapachowej dobiera się eksperymentalnie w zależności od rodzaju esencji, którą ma się otrzymać. Udział procentowy składników zależy ponadto od ich odcieni zapachowych, które są różne dla produktów różnego pochodzenia (np. aldehyd C — 20 f-my Schimmel ma zupełnie odmienny zapach i wydajność zapachową niż analogiczny aldehyd firmy Bush).

Skład oraz stosunek ilości surowców roślinnych do ilości bazy zapachowej w układzie baza — rozpuszczalnik ustala się według wynalazku każdorazowo doświadczalnie, w zależności od ich pochodzenia, czasokresu zbioru, stopnia dojrzałości itp.

Jako rozpuszczalnik najwygodniej jest stosować składniki ciekłe organiczne lub ich mieszaniny z wodą, tak dobrane, aby uzyskać możliwie najmniejszą lotność rozpuszczalnika i zapewnić tym samym zdolność esencji do aromatyzacji w temperaturach wyższych od pokojowej. Przykładem takiego rozpuszczalnika jest układ trójskładnikowy złożony z alkoholu etylowego, gliceryny, jako alkoholu o wysokiej temperaturze wrzenia, i wody. Gliceryna i woda podwyższają temperaturę wrzenia rozpuszczalnika jako układu trójskładnikowego.

Sposób według wynalazku pozwala na otrzymanie w jednym prostym procesie produkcji esencji zapachowych ciekłych o zamierzonych stężeniach i równocześnie o pełnym naturalnym bukiecie zapachowym, a zatem esencji o wysokiej jakości. Sposób według wynalazku okazuje się szczególnie korzystny w produkcji esencji wysokokoncentrowanych, przy równocześnie mniejszym zużyciu bądź olejków pochodzenia naturalnego, bądź syntetycznych.

Przykłady składu i udziału procentowego surowców wyjściowych do otrzymywania esencji malinowej i cytrynowej sposobem według wynalazku o dwóch różnych wydajnościach zapachu.

Przykład I. Esencja malinowa

a. Skład bazy zapachowej:

Octan amylu	— 76,0% wagowych
Octan etylu	— 15,0% wagowych

5

Octan benzylu	— 1,0% wagowych
Maślan amylu	— 5,9% wagowych
Geraniol	— 1,0% wagowych
Wanilina	— 1,0% wagowych
Aldehyd benzoesowy	— 0,1% wagowych
razem	100,0% wagowych

- b. Skład surowców roślinnych powietrzno-suchych:

Owoc maliny	— 6,0 części wagowych
Cynamon	— 1,5 części wagowych
Goździki	— 2,0 części wagowych
Skórka cytrynowa	— 0,1 części wagowych
Skórka pomar.	— 0,1 części wagowych

- c. Skład rozcieńczalnika:

Alkohol etylowy	— 60% wagowych
Woda	— 40% wagowych

1. Otrzymywanie esencji o wydajności zapachu 1:4000. 4 części wagowe surowców roślinnych ekstrahuje się roztworem dwuskładnikowym złożonym z 20 części wagowych bazy zapachowej i 76 części wagowych rozcieńczalnika.

2. Otrzymywanie esencji o wydajności zapachu 1:10000. 10 części wagowych surowców roślinnych ekstrahuje się układem złożonym z 30 części wagowych bazy zapachowej i 60 części wagowych rozcieńczalnika.

Przykład II. Esencja cytrynowa

- a. Skład bazy zapachowej:

Olejek cytrynowy zwykły	— 99,0% wagowych
Olejek petit-grain	— 1,0% wagowych
Razem	100,0% wagowych

- b. Skład surowców roślinnych powietrzno-suchych:

Skórka cytryny	— 20 części wagowych
Liście cytryny	— 1 część wagowa

- c₁ Skład rozcieńczalnika (dla esencji o niższych od 1:10000 wydajnościach zapachu)

Alkohol etylowy	— 70% wagowych
Woda	— 30% wagowych

6

- c₂ Skład rozcieńczalnika (dla esencji o wyższych od 1:10000 wydajnościach zapachu).
- | | |
|-----------------|------------------|
| Alkohol etylowy | — 96,2% wagowych |
| Woda | — 3,8% wagowych |

1. Otrzymywanie esencji o wydajności zapachu 1:4000. 1 część wagową surowców roślinnych ekstrahuje się układem dwuskładnikowym złożonym z 1,5 części wagowych bazy zapachowej oraz z 97,5 części wagowych rozcieńczalnika o składzie wymienionym w punkcie c₁.

2. Otrzymywanie esencji o wydajności zapachu 1:10000. 4 części wagowe surowców roślinnych ekstrahuje się układem dwuskładnikowym złożonym z 12,5 części wagowych bazy zapachowej i 87,5 części wagowych rozcieńczalnika o składzie wymienionym w punkcie c₂.

Wszystkie opisane wyżej przykłady sposobu według wynalazku wykazują dużą oszczędność składników zapachowych w stosunku do metod produkcji stosowanych dotychczas. Na przykład w esencji malinowej nie stosuje się drogiego i importowanego aldehydu C-20, który jest typowym składnikiem tych esencji, a w esencji cytrynowej zużywa się od 3 do 5 razy mniej importowanego olejku cytrynowego naturalnego. Ponadto w esencjach o wyższej wydajności zapachu uzyskuje się większą wydajność zapachową esencji aniżeli ma nie tylko olejek cytrynowy zwykły, ale dwudziestokrotny. W innych nie przytoczonych tu przykładach otrzymywania esencji, mają miejsce podobne korzyści ekonomiczne.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania esencji spożywczych aromatycznych, **znamienny tym**, że surowce roślinne takie jak liście, kwiaty, łodygi, kłącza, naowocnie, owoce lub ich mieszaniny, zawierające olejki eteryczne, ekstrahuje się roztworami baz zapachowych w jadalnych rozpuszczalnikach organicznych lub organiczno-wodnych, przy czym stosuje się roztwory, w których stężenie bazy zapachowej w rozpuszczalnikach jest nie większe niż 50%, a w przypadku układów o ograniczonej rozpuszczalności baz w rozpuszczalniku stosuje się roztwory o stężeniu aż do stanu nasycenia roztworu bazy w rozpuszczalniku, jednak z wyłączeniem roztworów o stężeniu wyższym niż 50% bazy.