

[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl⁶



[12] 发明专利说明书

B01D 11/02

A23F 3/18

A23F 5/26

[21] ZL 专利号 92110108.2

[45]授权公告日 1997 年 4 月 2 日

[11] 授权公告号 CN 1034395C

[22]申请日 92.7.22 [24]颁证日 96.11.9

[21]申请号 92110108.2

[30]优先权

[32]91.7.22 [33]AU[31]PK7363

[73]专利权人 蒂莫菲·罗尔斯顿·兰

地址 澳大利亚新南威尔士州

[72]发明人 蒂莫菲·罗尔斯顿·兰

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 杨厚昌

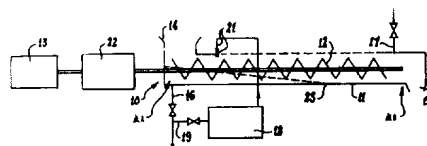
审查员 金泽俭

权利要求书 2 页 说明书 17 页 附图页数 2 页

[54]发明名称 萃取方法

[57]摘要

一种从食料中萃取可溶性组分的方法，其特征在于包括：提供一种被萃取的食料，一种萃取液，和一种待萃取的可溶性组分的浓缩溶液，在该溶液中可溶性组分的重量百分数大于可溶性组分在未萃取的食料中的重量百分数；使所述食料和浓缩溶液接触，得到了与浓缩溶液接触后得到的食料；以及使与浓缩溶液接触后得到的食料与萃取液逆流流动接触。



权 利 要 求 书

1.一种从食料中萃取可溶性组分的方法，其特征在于包括：

提供一种被萃取的食料，

一种萃取液，和

一种待萃取的可溶性组分的浓缩溶液，在该溶液中可溶性组分的重量百分数大于可溶性组分在未萃取的食料中的重量百分数；

使所述食料和浓缩溶液接触，得到了与浓缩溶液接触后得到的食料；以及

使与浓缩溶液接触后得到的食料与萃取液逆流流动接触，其中所述的接触步骤是在一个包括一个安装在倾斜或竖直的细长壳体內的旋转螺旋输送机的逆流萃取器中进行的，食料送到壳体较低的一端，与在壳体较低的一端形成了一个池的浓缩溶液接触，然后通过旋转螺旋将食料向上传送而与送到壳体上端靠重力作用向下流动的萃取液接触。

2.根据权利要求 1 所述的方法，其特征在于食料是一种选自咖啡、茶、烟草、杏仁壳、香草和其它干燥的调味品及芳香物料的干燥食料。

3.根据权利要求 2 所述的方法，其特征在于食料经历过粉碎或碾磨步骤。

4.根据权利要求 1 所述的方法，其特征在于萃取液是水并且浓缩溶液是一种水溶液，可溶性组分在该溶液中的重量百分数大于可溶性组分在未提取过的食料中的重量百分数。

5.根据权利要求 1 所述的方法，其特征是萃取液与食料的重量比近似在 1:10 至 10:1 范围内。

6.根据权利要求1所述的方法,其特征是食料是干燥的碾碎的咖啡豆,浓缩溶液是一种浓度至少近似25°白利的咖啡水溶液。

7.根据权利要求6所述的方法,其特征是该方法是在至少大约50℃的温度下进行。

8.根据权利要求6所述的方法,其特征是咖啡与萃取液的重量比近似在1:1至5:1范围内。

9.根据权利要求6的方法,其中干燥和碾碎的咖啡豆以大约50-160克/分钟的速率送入逆流萃取器,萃取水送入速率是大约180-250毫升/分钟,而浓缩液的池体积是3-6升。

10.根据权利要求1的方法,其中可溶性固体在从逆流萃取器中排出的萃取液中的浓度为大约25°-40°白利。

说明书

萃取方法

本发明涉及一种从固体逆流萃取可溶性组分的改进方法。

逆流萃取是在食品工业中,从有关的固体萃取液体、可溶的和细小的颗粒物质的公知方法。

一种型式的逆流萃取器,包括一台安装在倾斜的或垂直的细长壳体內的逆转螺旋输送机(或多台螺旋输送机),该壳体一般是槽形或完全是一个有外壳的管。被处理的固体物料,加入到壳体的较低的一端,当萃取液(例如水)通过旋转螺旋推向前送到壳体顶部时,液体在重力作用下向下流与逆流的固体密切接触,按照扩散规律对于可溶性组分从固相转变到液相是理想的。

不考虑这种方法的效率,通常液体产品相对来说是较稀的,而商业上有用的浓缩物质的制备要求除去溶剂或萃取液。大量溶剂的除去不仅增加了时间和花费,而且在某些情况下,对产品本身是有害的。例如,使用冻干蒸发制备合适的咖啡浓缩物,以获得约 45°白利的浓度,其结果是很多香味损失了,甚至采用低温蒸发和回收香精的方法也是如此。

本发明的一个目的是克服或至少减轻现有技术中的一个或多个困难。

因此,本发明一方面提供从食料萃取可溶性组分的方法,该方法包括:

提供

一种被萃取的食料,

一种萃取液,和

一种被萃取的可溶性组分的浓缩溶液，
使食料和浓缩溶液接触，得到了与浓缩溶液接触后得到的食料；以及
使与浓缩溶液接触后得到的食料与萃取液逆流流动接触。

现在我们已经发现，尽管添加萃取液，但通过固体物料与被萃取的可溶性组分的浓缩溶液相接触，还可以保持可溶性组分的高浓度。即使在许多情况下，可溶性物料在浓缩溶液中的重量浓度超过了其在被萃取的固体进料中的重量含量，这种生产程序也能连续制备可溶性组分的浓缩溶液。因此，本方法大大地减少或消除了制备液体萃取浓缩物时对于蒸发或类似的浓缩技术的需要。

食料最好是干燥的食料及其细胞壁不再是完整的或有机化的，食料可经受压碎或磨碎的步骤，特别好的食料是咖啡、茶、烟草、杏仁壳、香草和其它干燥的调味品和芳香物料。

萃取液最好是水。

所述可溶性组分在浓缩溶液中的浓度优选大于在相同操作条件下用萃取液进行萃取所能达到的浓度。

特别优选的是，所述可溶性物料在浓缩溶液中的重量百分浓度大于可溶性组分在未萃取食料中的重量百分浓度。因此，当加浓的溶液是一种水溶液，在其中可溶性组分与未萃取物料相比有较大的浓度。

本发明的方法可以采用一个逆流萃取器，它包括安装在一个倾斜或垂直细长壳体内部的旋转螺旋输送机，食料送入到壳体的较低的一端，在萃取液加入到萃取器的上部的同时，通过旋转螺旋食料向上传送，并在重力作用下向下流动。

本发明的方法可以在壳体的较低的一端，建立一个溶液池。该溶液是可溶性组分的浓缩溶液。最好进入萃取器的食料，是通

过该浓缩溶液池。在这种安排下，萃取液是加入到萃取器远的一端，而在重力作用下向下流动。与逆流食料进入浓缩溶液池的方向相反。

根据本发明所使用的逆流萃取器，可以是澳大利亚专利 No543184 中所描述的类型。最好是螺旋输送机发生反向小于每 20 秒，更可取的是小于每 15 秒。

从逆流萃取器流出的液体萃取物，可以通过一个独立的热交换器而转向和再循环，最好是从浓缩溶液池开始再循环。

尤其是、最好是池中的溶液的浓度大于同样条件下没有浓缩作用时，操作萃取器所能达到的流出可溶性组分的浓度。例如萃取咖啡时，浓缩溶液池可以通过增加浓缩物而建立。例如，浓缩物可以是干燥和磨碎的咖啡豆，更好的是冻干咖啡或通常称作速溶咖啡的其它咖啡产品，它们可以是浓缩溶液状态。通过单纯加入速溶咖啡以达到在池中至少为 25°白利的浓度，更好地是至少为 30°白利，进一步萃取就能使液体继续达到 20°白利以上的浓度。在常规的浓缩技术中，通过用水萃取，通常不可能达到超过 15°白利的浓度，没有浓缩作用的逆流萃取的极限为 20°白利浓度。

一般，最好萃取器在壳体的较低区域设有保证预定萃取液水平的装置，更可取的是，循环利用的萃取液连续地从机器底部建立的液体池中获得。

在一个最佳实施例中，所述的可溶性组分加到所述的萃取液中，同时新鲜的萃取液连续地注入。更好的是在萃取液的池中，所述的可溶性组分的浓度，大于在同样条件下使用萃取液可以达到的浓度。

尽管，如果希望的话，较高或较低的温度可以采用，可是优先选用的萃取液的温度范围近似从 50℃到 80℃。

我们已经发现，当采用本发明的方法、温度至少近似为

50℃时,特别对于咖啡来说,萃取效率大大地得到改善。

萃取效率也决定于新鲜萃取液和固体输入的比率,较好的液体与固体的比是 1:10 至 10:1 的范围内。

特别是对于固体水合物,例如在使用咖啡中、更好的比例约由 1:1 至 5:1,业已发现对咖啡来说特别合适的比例是 3:1。

一般来说,最好液体是再循环,其再循环比大于液体送入比率的一半,较好的至少同于送入比率,最好再循环是至少两倍于液体送入比率,用本发明方法生产的产品是浓缩的。

现在参照附图对本发明作进一步描述:

图 1 是逆流萃取器的示意图。

图 2 是按照本发明操作的逆流萃取器与没有浓缩的相应萃取操作下,浓度比较曲线图。

参看图 1,逆流萃取器 10 包括一个细长槽形的壳体 11,壳体内配置有螺旋输送机 12,它绕由装置 13 驱动的纵轴转动。壳体 11 带有一个入口漏斗 14,用以引入待萃取的物料。壳体 11 和螺旋 12 朝着已被处理过的固体物料出口 15 稍微向上倾斜。漏斗 14 设置在螺旋较低一端的上方。出料线 16 是用于排出萃取液,该萃取液是由装料线 17 加进壳体 11 的。在一条旁路线 19 上装有一个热交换器,加热废液并使它通过喷嘴 21 返回壳体 11 较低的一端,以加热正在被处理的物料。

在澳大利亚专利 No543184 所公开的操作条件下,食料引入漏斗 14 通向萃取器 10 较低的一端,通过单螺旋 12 输送至积聚被萃物料的出口 15,萃取液通过装入线 17 引入,并在重力作用下流向漏斗 14 附近的一端。

含有萃取可溶性物料的萃取液 23 的池,通过引出液体萃取物保持在恒定水平面 23。液体萃取物的一部分,经由再循环线

19、热交换器 18 再循环并通过喷嘴 21 再引入。

当采用咖啡作为食料进行操作时，萃取器有一个温度在 90℃ 左右的外罩，以提供大约 50℃ 的萃取液温度。

在这样的条件下就达到了稳态，可提供池浓度约 12~15° 白利。

在逆流固-液萃取器中，在固相和液相中可溶性的浓度达到了稳态。

在稳态下，固相中的可溶解浓度将超过在液相中的浓度，这种浓度的差异提供了驱动力，把可溶解从固相转变到液相。

对于固相和液相的典型曲线示于图 2。此处， C_s 表示在固相中溶质的典型浓度曲线， C_l 表示在液相中溶质的典型浓度， C_l' 表示按照本发明的方法，在固相进入点加浓，人为地提高 C_l 引起在液相中浓度曲线的变化。这些浓度曲线反映了支配扩散和质量转换的规律。对于扩散，被扩散的物料 (dm) 由关系式 $dm = QDA dt (dc/dx)$ 来决定，这里 dc/dx 是浓度梯度。对于质量转换，质量转换 ds 是由关系式 $ds = KA dt (c_s - c_l)$ 求得，机器的接触效率是一个进一步限制的因素。

如果使液相 4 中可溶性物质的浓度超过在固相中可溶性物质的浓度，那么就可以形成可溶性物质从液相转移回到固相中的情况，这是所期望的。

然而，在本发明中当在液相图 1 A 点时，按总重量计可溶性浓度增加到固相可溶性之上（例如通过附加浓缩物至机器较低的一端），那么即使流入新鲜萃取溶剂，导致的高浓度也可维持或增加。

因此，如图 2 所示通过比较 C_l 和 C_l' 曲线，损耗量保持较低而且稀释减小。

例如,根据本发明的方法,通过添加速溶咖啡会连续地产生至少 25°白利(最好至少为 30°白利)的浓度,使得池 23 是可溶性物料的浓缩溶液。该浓度最好是至少 25°白利(更好是至少为 30°白利)。

本发明方法可以包括把咖啡与添加剂接触,例如可以使用酶作为有机触媒剂、以增强可溶性的萃取。

现在给出附加的实例,对本发明加以充分的描述。然而,应该明白下面的描述,只是一种实例说明,在任何方面都不应该理解为是对前述本发明的一种限制。

比较实例 1

本例子说明了澳大利亚专利 No543184 在咖啡萃取中所使用的设备,公开的澳大利亚专利 No543184 可以结合起来加以参改。

总重量为 20 公斤的咖啡、在下面的条件下进行逆流萃取:

装料——咖啡,来自新几内亚的 ARABICA 4K 咖啡,在速率为 5.1 公斤/小时(85 克/分)下装入逆流萃取器。

萃取液——水,从远离咖啡引入端注入,使咖啡在逆流中移动,水的输入速率为 15 公斤/小时。

根据澳大利亚专利 No543184,所采用的单螺旋逆流萃取器,其倾角为 4°、螺旋输送机是间歇地反转的。螺旋输送机在每秒 3.0 转的速率下,以 10.0 秒周期向前旋转,以 8.2 秒周期反转。咖啡在逆流萃取器的滞留时间是 60 分钟、萃取器处壳的温度为 90℃、在咖啡萃取液体混合物中萃取温度为 60℃。

再循环是在小于 500 克/分的低速情况下运行,咖啡是在第三螺旋片处引入以补偿损耗。

咖啡的总有效可溶性固体含量,按重量计是 25%

由萃取器形成的萃取剂的浓度,是作为时间的函数进行测

量的,并示于表 1,在机器的底部采用 3 升的池。

表 1

时 间 <u>(分)</u>	溶解的咖啡浓度 <u>(°白利)</u>
0	—
30	—
45	6.5
60	7.0
75	7.2
90	9.3
105	11.4
120	12.7
135	13.2
150	13.1
165	12.9
180	13.4
195	13.1

例 1

在开始描述本例子的方法之前,在比较实例 1 中所采用的逆流萃取器完全是空的。

除了在机器底部用浓度为 25°白利的“雀巢咖啡”可溶解的咖啡水溶液代替水池外,重复比较实例 1 的过程。在开始之后,在时间周期内、详述形成萃取物浓度的萃取结果列于表 2。

表 2

时 间 (分)	萃取物的浓度 (° 白利)
0	25.0
15	24.5
30	25.5
45	25.0
60	24.5
75	24.0
90	25.0

上面的结果表明、在萃取程序的持续时间内,20 公斤的萃取液——水与 7.5 公斤咖啡一起加进去,可是萃取物浓度仍保持在 25°白利。

在试验中,当添加进去的水和可溶解的固体的相对比例是 10%的可溶解的固体,90%水或 10°白利时,结果是特别意外的。保持恒定的萃取物浓度 25°白利,只有 7.6 公斤的水作为萃取液从机器排出。假定 12.4 公斤的平衡,而且水是由咖啡豆的纤维素不可溶部分所吸收同时在机器的顶部离去。

比较实例 2

使用比较实例 1 的程序,23.4 公斤的磨碎了的咖啡,最初以 50 克/分的速率,120 分钟之后以 60 克/分的速率加入到逆流萃取器。

萃取水以 180 克/分的速率加入。

萃取器形成的萃取剂的浓度,从工作开始就作为一个时间的函数进行测量,其结果示于表 3。

表 3

时 间	加入固体速率	溶解的咖啡浓度
(分)	(克/分)	(°白利)
0	50	—
60		7.5
75		8.9
90		9.9
105		10.3
120	60	10.5
135		10.7
150		12.5
165		13.7
180		15.1
195		16.4
210		17.3
225		17.7
240		18.1
255		18.0
270		18.1

上面数据表明,从工作开始约 240 分钟之后,就形成了大约 18°白利的稳态浓度。

例 2

在比较实例 2 所述的试验中建立稳态之后,速溶咖啡在 270 分钟时间内、主机器的底部加入到水池中以提供 30°白利的溶解的咖啡浓度。

引入比较实例 2 中所描述的程序之后,逆流萃取器就不是空载的。

固体加入速率保持在 60 克/分,以 15 分钟的时间间隔测量萃取物的浓度,结果示于表 4。

表 4

<u>时 间(分)</u>	<u>溶解的咖啡浓度(°白利)</u>
270	30.0
285	30.3
300	31.0
315	31.5
330	32.5
345	33.1
360	33.3
375	34.1
390	34.7

以上表明,在加浓之后的 2 小时内,溶解的咖啡的浓度增加到 35°白利。

例 3

在悉尼北瑞德的 CSIRO 的试验工厂,做了一个实验表明当采用 CCE 萃取方法时产生高浓缩咖啡萃取物的能力。

碾碎了的咖啡由日本的 TOSOKU 提供,总用量 20 公斤。

CCE 是一种逆流液固萃取器,它是全连续多段和无级的。

分别做了两个实验,在每个试验中除了一个条件之外其它

操作条件完全相同。

试验的目的是为了表明一个操作条件的改变,使得咖啡萃取物的浓度由常规萃取的 10—11°白利增加到 30°白利以上。

下面描述每一个试验的操作:

试验 1

操作条件

进料速率	75 克/分
在水中的萃取物	250 毫升/分
再循环温度	84℃
斜槽温度	75℃
倾角	4°
正转时间	8 秒
反转时间	7 秒
滞留时间	60 分
池	6 升
	包括再循环(只有水)
每分钟转数	2
操作时间	150 分钟

结果

质量平衡:

入	咖啡	11 公斤
	水	37.5 公斤
出	萃取物	22.0 公斤
	咖啡	22.0 公斤
平衡		4.5 公斤
估计废物		3.0 公斤

误差 3.5%

按照下面的质量平衡、萃取物被浓缩到 33.5°白利。

入 萃取物	22 公斤, 8.0°白利
浓缩物	4 公斤, 33.5°白利
水	18 公斤
平衡*	3 公斤

* 估计是滞留在蒸发器中和在筛选时的损耗。

重要的是要注意, 在试验 1 中, 可溶咖啡在萃取物中的浓度, 开始是低的(4 至 6°白利), 逐渐增至 1 小时后的 10°白利, 而在剩余的试验时间(即另 90 分钟)稳定在 10-11°白利。

试验 2

2 升水加入到试验 1 中产生的浓缩萃取物中, 得到大约 6 升、23.3°白利的物料, 然后将这物料作为试验 2 的池液。在试验开始时, 操作条件的唯一不同是, 池中是 23.3°白利, 而试验 1 中是纯水。

操作条件

进料速率	80 克/分
萃取水	250 毫升/分
再循环温度	84℃
斜槽温度	75℃
倾角	4°
正转时间	8 秒
反转时间	7 秒
滞留时间	60 分
池	6 升, 23.3°白利
每分钟转数	2

操作时间

110 分

结果

在该试验的头 70 分钟中,萃取物的白利在 22.7° 到 27°白利之间波动,平均值为 24.9°白利,即使具有相同的操作条件(除去池外),试验 1 也只产生了 10°白利的萃取物。

在该试验的最后 30 分钟,进料速率增加至每分钟 160克,而所有其它操作条件仍维持相同。随着这种改变,萃取物的白利则增加到 33.5°白利,在试验结束时仍然在增加。对于最后 30 分钟,萃取物的平均白利是 32.4°。

对开始的 1 个小时和最后 30 分钟,都保留有样品。

质量平衡

入	咖啡	9.6 公斤
	水	22.0 公斤
出	萃取的咖啡	23 公斤
	萃取物 1	5.2 公斤, 24.9°白利
	2	2.3 公斤, 32.5°白利

结论

CCE 较低一端的浓缩萃取物池的存在沿着机器在液相与固相之间产生了很陡的浓度梯度。特别是在机器的较低端或进料端,可溶固体的浓度可达到 35 至 40°白利,此时液体变得太粘以致不能合适地流动。

假设在进料端产生了一个条件,使得水由池流入碾碎的咖啡豆碎块中,并且由咖啡豆出来的可溶性物料移动到池中。

例 4

从上面的例子可以看到,在 90℃当 5 克咖啡与 20 克水混合 1 分钟时,则 0.4 克可溶物料从咖啡转移到水中,4.4 克水被

咖啡所吸收。根据质量流动图表 1, 质量转移的结果是 9.0 克水化咖啡和 16 克咖啡溶液, 这些条件与试验 1 中 CCE 较低一端的那些实验条件近似。

然而, 当 5 克咖啡与 21.5 克的 9.5°白利咖啡混合 1 分钟, 则可以看到 0.25 克可溶物料从咖啡转移到溶液中, 同时 3.95 克水被咖啡吸收。根据质量流动图表 2, 质量转移的结果是 8.7 克水化咖啡和 18.2 克 12°白利的可溶咖啡溶液(在小规模尝试性的试验 2 中, 在 22°白利至 32.5°白利范围内, 也观察到同样的现象)。

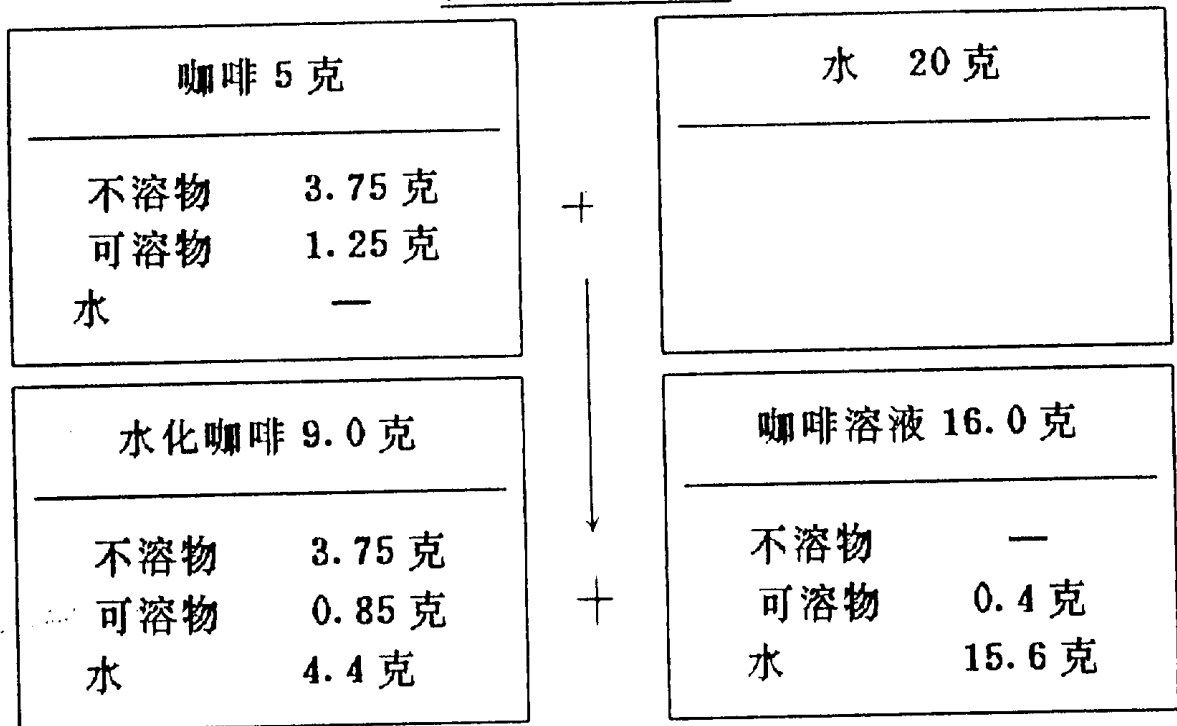
因此, 通过在 CCE 的较低的一端简单地创造一个高白利的咖啡萃取物的池, 就能达到用咖啡本身排除水的浓缩效果。

这样一个系统可以在稳态下运行, 并可产生来自咖啡的 98% 总的可利用的可溶固体。

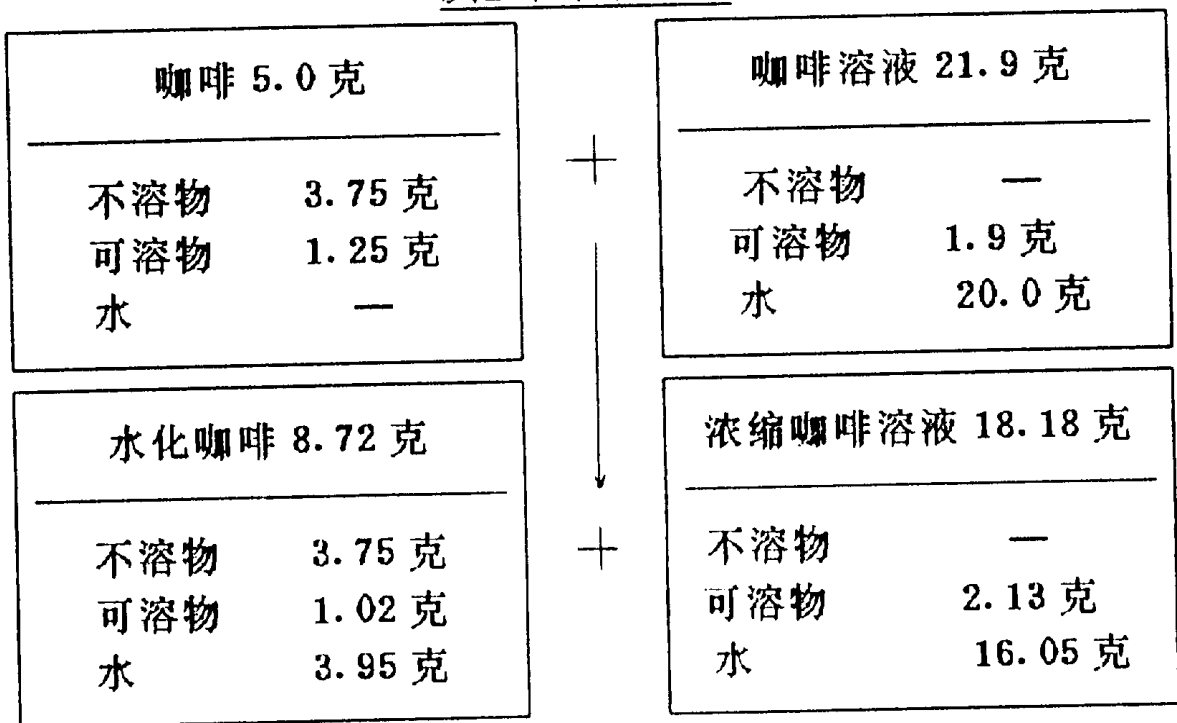
所以, 该方法及其优选实施方案(CCE) 可用作现有萃取设备的附加设备而替代浓缩设备或部分地或全部地代替现有萃取工艺。

该工艺的优点是产生很高浓度萃取物而没有通常在蒸发期间发生的挥发性物质的显著损失。

质量流动图表 1



质量流程图表 2



例 5

本例子的目的是用来测定在咖啡萃取过程中固体物在热水和咖啡萃取物中的分布。

将5克经过粗碾的咖啡放入一个烧瓶内,再加上20毫升的蒸馏水,烧瓶在90℃的水浴中放置预定的时间。移去烧瓶,把里面的东西筛到一个配衡保湿盘中,筛子被称重并测定固体湿重,然后固体被洗入另一个配衡保湿盘中,盘和盘里面的东西在100℃下在空气烘箱中干燥过夜、冷却和称重。

也进行了另一个实验,所用的咖啡萃取物是将咖啡固体和蒸馏水的混合物煮沸大约30分钟制备的,所用的时间是1、2和10分钟。

结果

表5给出干燥萃取物的重量

表 5

萃 取 物	时 间 (分)		
	1	2	10
咖啡重量	4.997	4.000	5.005
湿咖啡重量	9.0	9.7	10.0
干萃取物重量	0.405	0.466	0.689
干沉渣重量	4.494	4.447	4.206

使用含有 1.871 克固体的咖啡萃取物 20 毫升。

咖啡重量	5.004	5.000	5.018
湿咖啡重量	8.7	9.5	10.8
干萃取物重量	2.127	2.206	2.284
干沉渣重量	4.673	4.570	4.536

最后,这是清楚的,在不脱离上述本发明的精神前提下,可作各种其它改进和/或变更。

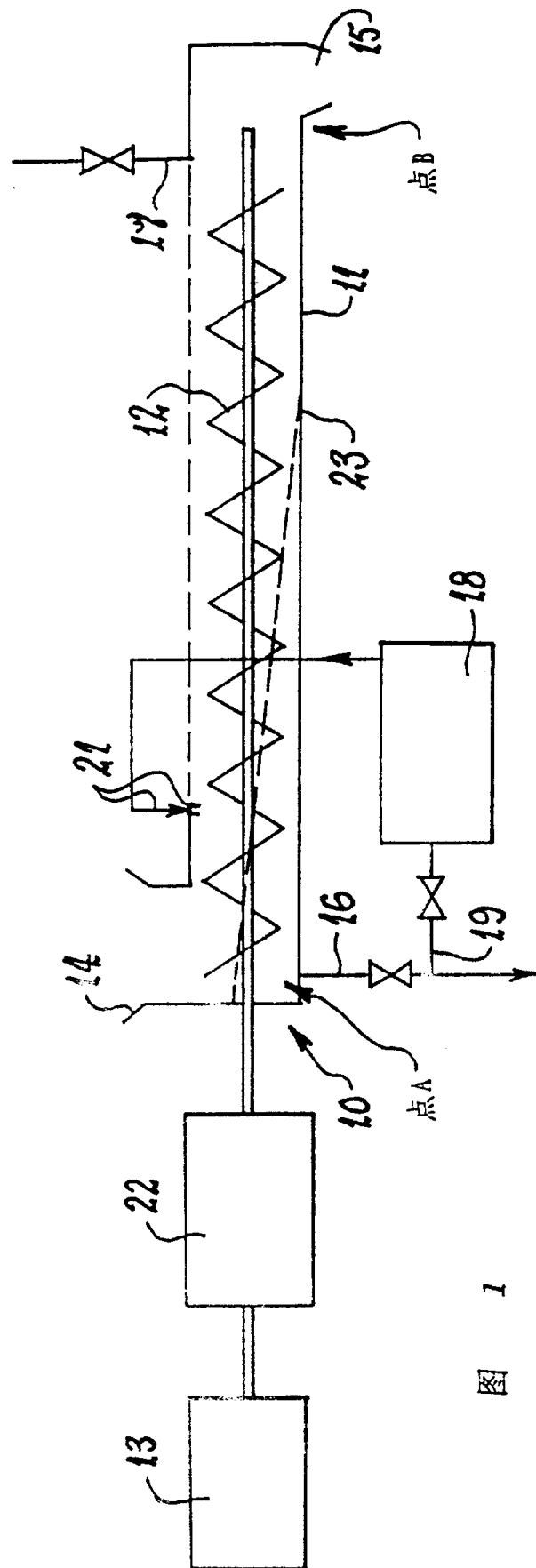


图 1

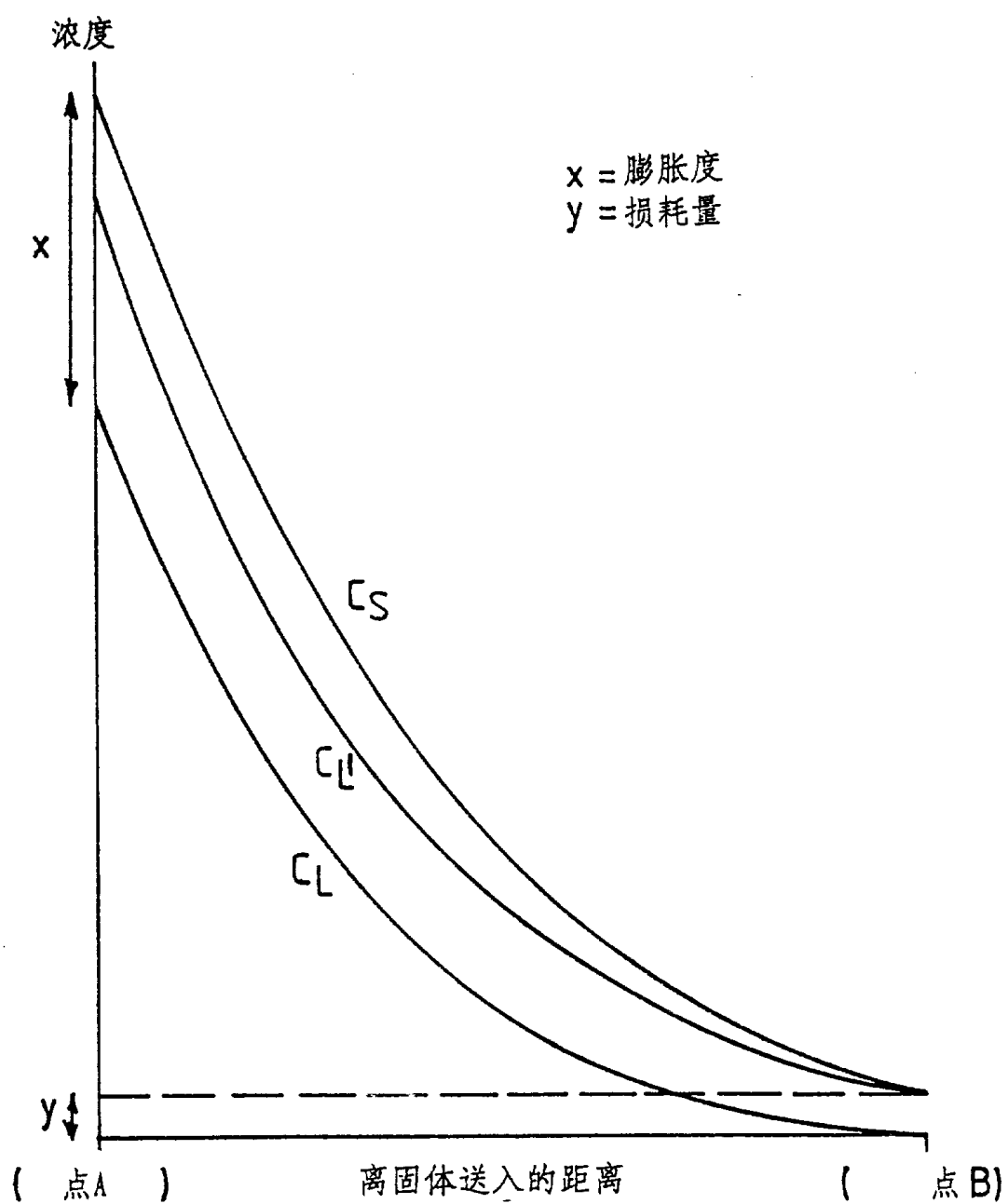


图 2