



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

226195

(11)

(B2)

(22) Přihlášeno 26 11 79
(21) (PV 8150-79)

(40) Zveřejněno 29 07 83

(45) Vydáno 15 03 86

(51) Int. Cl.³
A 23 F 5/32

(72) Autor vynálezu

HUDAK STEPHEN FRANCIS, CROTON-ON-HUDSON, NEW YORK, SALEEB FOUAD ZAKI,
PLEASANTVILLE, NEW YORK (Sp. st. a.)

(73) Majitel patentu

GENERAL FOODS CORPORATION, WHITE PLAINS, NEW YORK (Sp. st. a.)

(54) Způsob výroby vymrazováním sušených mikroporézních rozpustných
částic kávy

1

Vynález se týká rozpustné kávy a zejména se týká rozpustné kávové sušiny připravované vymrazovacím sušením. Především se vynález týká rozpustných kávových granulí, majících jedinečnou pórovitost, která způsobuje, že granule jsou schopné sorbovat a zadržovat aromatické látky pražené a mleté kávy a regulovatelně je uvolňovat.

Ve srovnání s praženou a mletou kávou má rozpustná káva velmi slabé aroma.

Podle známého stavu techniky se v podstatě všechny obchodní rozpustné kávové výrobky obohacují aromatickými látkami směřováním rozpustné kávy s čistým kávovým olejem nebo s kávovým olejem obohaceným aromatickými látkami, ve snaze vyrobit rozpustný kávový výrobek s kvalitními aromatickými látkami blížíci se pražené a mleté kávě (viz například americký patentový spis číslo 3 148 070).

Aromatizované rozpustné kávy s kávovým olejem mají některé nedostatky. Se získáváním oleje z pražené a mleté kávy je spojeno mnoho problémů a když se přece jen podaří ho získat, má glycerid sklon ke žluknutí. Kromě toho kávový olej i v malých množstvích ovlivňuje negativně tekutost rozpustných kávových granulí a stává se, že se na povrchu hotového nápoje objevují nežádoucí kapky oleje.

Zlepšení aroma rozpustné kávy podle belgického patentového spisu číslo 862 370 a podle amerického patentového spisu číslo 3 573 060 je zaměřené na výrobu makroporézních částic, které však neabsorbují těžké podíly kávy kapilární kondenzací.

Ani jiné návrhy a pokusy k aromatizaci rozpustné kávy bez použití kávového oleje jako nositele aroma se nesetkaly s obchodními úspěchy. Většinou nemají schopnost sorbovat a

zadržovat těkavé aromatické látky kávy. Úkolem vynálezu je aromatizace rozpustných kávových výrobků bez použití kávového oleje. Překvapivě se zjistilo, že rozpustné kávové výrobky, vyrobené za podmínek, kdy se vytvoří jedinečná pórovitá struktura, mají dosud nedosaženou schopnost sorpce aromatických látek pražené a mleté kávy.

Předmětem vynálezu je tedy způsob výroby vymrazováním sušených mikroporézních rozpustných částic kávy, majících objem pórů 3 až 30 mikrolitrů na gram pevných částic, při kterém se rozstříkuje vodný extrakt kávy do kryogenní kapaliny o teplotě -100 až -210 °C a suší se vymrazováním.

Porézní rozpustné kávové částice podle vynálezu nemají pouze schopnost velkého množství těkavých aromatických látek pražené a mleté kávy, ale mají rovněž schopnost zadržovat aromatické látky po dlouhé časové období a pak je za řízených podmínek uvolňovat.

Přidají-li se tyto vysoce aromatizované rozpustné kávové částice v malém množství a stejnoměrně se promíchají s typickou nearomatizovanou rozpustnou kávovou sušinou, vytvoří se stejnoměrný produkt s žádoucím aroma čerstvě pražené a mleté kávy.

Aromatizované rozpustné kávové částice mají nejlepší využití jako sorbent aromatických látek pražené a mleté kávy, které se uvolňují vždy při otevření nádoby, ve které je rozpustná káva, obohacená aromatickými látkami uložena. Při uzavření nádoby jedinečně porézní částice uvolní další aromatické látky, které prostoupí uložený zbylý sypký produkt a všechny volné prostory nádoby. Při opětovném otevření nádoby se dále uvolňují aromatické látky do ovzduší a připravují spotřebitele na požitek z nápoje.

Vynález je tedy založen na objevu jedinečné mikroporézní struktury, pro kterou rozpustné kávové částice mají vnitřní povrchové plochy volně přístupné, aby mohly přitahovat vypařované molekuly na celistvé plochy (adsorpce par aromatických látek pražené a mleté kávy); tato struktura se vyznačuje mikropóry o velikosti umožňující extenzivně vstřebávat a zadržovat aromatické látky pražené a mleté kávy cestou kapilární kondenzace. Molekulární struktura spolupůsobí s mikropóry tak, že jsou aromatické látky uvolnitelně zadržovány uvnitř mikropórů v podstatě silami kapilární kondenzace a některými přitažlivými povrchovými silami.

Kondenzace aromatických látek dává mikropórům schopnost vstřebávat značné množství aromatických látek, které se následně uvolňují ve formě par. Mikropóry se zde rozumí póry o poloměru menším než 100 nm.

Pro dosažení účinku podle vynálezu je potřeba, aby částice rozpustné kávy, které se mají aromatizovat aromatickými látkami pražené a mleté kávy, měly pórovitost 3 až 30 mikrolitrů na 1 gram suché rozpustné kávy, to znamená mikropóry o poloměru nejvýše 15 nm. To znamená, že rozpustná káva musí mít 0,3 až 3 % (objem/hmotnost) užitečného objemu pórů tvořeného póry o poloměru nejvýše 15 nm.

Je-li tedy rozpustná káva připravena tak, že má 0,3 až 3 % (objem/hmotnost) objemu pórů, které mají poloměr nejvýše 15 nm (užitečného objemu pórů pro účely vynálezu), odstupňování velikosti pórů závisí na četnosti pórů, které mají poloměr nejvýše 3 nm v užitečném pórovitém prostoru.

Skutečnost, že užitečný pórovitý prostor sestává z pórů odstupňovaných velikostí, přispívá k jeho celkové schopnosti vstřebávat a zadržovat aromatické látky pražené a mleté kávy. Aromatické látky jsou směsí sloučenin různé molekulární velikosti a struktury, z nichž každá se přednostně sorbuje a zadržuje kapilární kondenzací v pórech o velikosti, která je k tomuto účelu nejvhodnější.

Zjistilo se, že póry rozpustné kávy o poloměru větším než 15 nm jsou v podstatě ne-

schopné sorpce jakékoliv složky aromatických látek pražené a mleté kávy kapilární kondenzací a jsou proto mimo užitečný rozsah.

Nyní se zjistilo, že 0,05 až 20 mg aromatických látek pražené a mleté kávy se může sorbovat kapilární kondenzací na 1 g sušené rozpustné kávy mající užitečný objem pórů 0,3 až 3 % (objem/hmotnost). Specifické množství sorbovaných aromatických látek závisí především na typu aromatické látky, na velikosti užitečného prostoru pórů a na rozložení velikosti pórů v užitečném prostoru.

Dále se zjistilo, že rozpustná káva s užitečným prostorem pórů 30 mikrolitrů/g sušiny při sorpci kapilární kondenzací 10 mg suchých aromatických látek z pražené a mleté kávy na každý gram sušiny má zaplněno pouze 30 až 35 % užitečného prostoru pórů aromatickými složkami.

Síly kapilární kondenzace, které se podílejí na sorpci a zadržování aromatických látek, musí být menší než tlak par aromatických látek, který má tendenci aromatické látky z pórovitého prostoru vypudit. Tím se při uzavření malého množství aromatizované rozpustné kávové sušiny uvnitř uzavřeného zásobníku budou ze sušiny uvolňovat aromatické látky ve formě páry tak dlouho, dokud uvnitř zásobníku nenastane rovnováha parciálního tlaku par. Při otevření zásobníku se vypařené aromatické látky dále uvolňují do nejbližší atmosféry. Znovuzavření zásobníku způsobí druhý rovnovážný stav. Takže je zřejmé, že lze přidat přesně spočítané malé množství aromatizované mikroporézní rozpustné kávové sušiny podle vynálezu k nearomatizované obvyklé rozpustné kávě, aby se vytvořilo dostatečné aroma pražené a mleté kávy, které by vycházelo z aromatizované sušiny do uzavíracího prostoru sklenice a uvolňovalo se vždy, když se sklenice otevře.

Měření velikosti pórů a užitečného porézního prostoru

Pórovitost materiálu je poměr objemu mezer materiálu k objemu jeho hmoty. Rozšíření této definice tak, aby obsahovala počet mezer (pórů), jejich tvar a velikost (zejména mikropóry), vyžaduje přesná měření a výpočetní techniku.

Charakteristika pórovitosti suché rozpustné kávové sušiny pro předložený vynález byla vypočítána s ohledem na modelové systémy používající plyny CO_2 a N_2 podle velice dobře známé a autoritativní metody S. Braumaera "Adsorpce plynů a par" sv. 1 Princeton University Press, 1945 a Barret E.P. a kol. Journal American Chemical Society 73 373 1951.

Nejllepší způsob provádění vynálezu

Mikroporézní částice pro rozpustnou kávu podle vynálezu se připraví náhlým zmrazením koncentrovaného kávového extraktu, po kterém následuje sušení zmrazených částic extraktu přímo z tohoto zmrazeného stavu (lyofilizace).

Rozprašování vodného kávového extraktu, s výhodou, ale ne nutně, majícího obsah rozpustné sušiny méně než 40 % hmot., nejlépe 25 až 35 % hmot. do mrazicí kapaliny mající teplotu pod -100°C , například do kapalného dusíku a potom se zmrazeného stavu usušené zmrazené částice roztoku vytvoří suchou mikroporézní rozpustnou sušinu mající požadovaný užitečný porézní prostor, jehož 3 až 30 mikrolitrů na gram sušiny sestávají z mikropórů, které mají poloměr 15 nm nebo menší.

Rozprášením vzniknou částice, které mají průměrnou velikost průměru okolo $200\text{ }\mu\text{m}$, takže celá částice bude okamžitě zmrzlá, jakmile se dostane do styku s mrazicí kapalinou.

Není nezbytně nutné, aby částice byly vytvořeny rozprášením nebo aby velikost částic

byla pod 200 μm , ale je nezbytná rychlost, kterou všechna vlhkost uvnitř částic zmrzne. Je zjištěno, že rychlé zmrznutí, blíží se okamžitému, vytvoří nepatrné ledové krystaly uvnitř celé částice. Aby se dosáhlo této podmínky, mrazicí kapalina musí mít teplotu $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ nebo nižší.

Obsah vlhkosti naráz zmrzlých částic koncentrovaného kávového extraktu, které je ve formě nepatrných ledových krystalů sublimuje z částic a tím se vytvoří suché kávové granule s mikroporézní strukturou podle vynálezu. Je podstatné, že odstranění vlhkosti lze provést v podstatě úplně sublimací (žádná tekutá voda není přítomná) a dosáhnout požadovanou pórovitou strukturu. Rovněž podmínky sušení ze zmrzlého stavu musí být pečlivě kontrolovány, aby se zajistilo neznatelně malé nebo vůbec žádné tání ledových krystalů během dehydratace zmrazených částic kávového extraktu.

Aromatické látky spojené s praženou a mletou kávou, ať již syntetické nebo přírodní, mohou pocházet z mnoha dosud velmi známých zdrojů. V závislosti na použitém způsobu, aromatické látky mohou být přítomny jako složky plynu, kapalného kondenzátu nebo kondenzované jinovatky.

Způsobů, kterými dochází ke styku mikroporézních částic s aromatickými látkami pražené mleté kávy za účelem sorpce aróma do částic, může být rovněž mnoho a mohou být různé. Lze použít vysoký tlak a/nebo mohou být použity nízké teploty částic, aby se maximalizovalo množství vstřebaných aromatických látek nebo aby se zkrátila doba požadovaná k dosažení žádoucí hladiny aromatizace, avšak takové podmínky se obvykle nepožadují.

Mezi technikami, které se dosud používají pro sorpci aromatických látek porézními rozpustnými kávovými částicemi, je nejvýhodnější uvést do styku mikroporézní částice rozpustné kávy s rozdrčenou plynovou jinovatkou (zmrzlé pražené a mleté aromatické látky + zmrzlý CO_2 získaný během mletí pražené kávy).

Toto se dosáhne tak, že se umístí jak porézní částice, tak kondenzovaný CO_2 a zmrzlé aromatické látky dobře smíchané do odvětrávané nádoby, s výhodou při $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ a CO_2 se nechá sublimovat.

Mikroporézní kávové granule vyrobené podle vynálezu mají sorpční schopnost až 2 % praženého a mletého kávového aróma. To je vcelku více, než je požadováno a v závislosti na tom, jak je aromatizovaná kávová sušina zužitkována, aromatizované částice budou obsahovat 0,5 až 20 miligramů aromatických látek na gram sušiny.

Má-li se vstřebat 1 mg aromatických látek na 1 g aromatizované sušiny, je potřeba smíchat okolo 5 g aromatizované sušiny s 95 g normální rozpustné kávy, aby se vytvořily dostatečné aromatické látky v uzavíracím prostoru sklenice, které se uvolňují pokaždé, když se sklenice otevře během průměrného periodického používání produktu pro přípravu nápoje.

Poněvadž bylo zjištěno, že je výhodnější smíchat 2 % nebo méně aromatizované mikroporézní rozpustné kávové sušiny s běžnou rozpustnou kávou, aromatizovaná směs bude s výhodou obsahovat 0,2 až 0,5 % aromatických látek.

Jsou-li v produktu podle vynálezu obsaženy mikroporézní rozpustné kávové granule ve zvýšeném množství, vytvářejí požadované aromatické účinky v kapalném nápoji při rekonstituci granulí horkou vodou.

Jak bylo shora uvedeno, během skladování aromatizovaných rozpustných kávových granulí smíchaných se sypkým nearomatizovaným materiálem, vstřebané aromatické látky vyvíjejí výparný tlak, který překonává síly porézní vazby a malé množství aromatických látek se uvolňuje, dokud se ve sklenici nedosáhnou podmínky rovnováhy parciálního tlaku par. Po otevření

sklenice se aromatické látky dále uvolňují do atmosféry a předpokládají konzumentu požitek z nápoje.

Po uzavření sklenice se opakují procesy zadržování a uvolňování aromatických látek. Granule podle vynálezu jsou tedy schopné vstřebávat, zadržovat a uvolňovat aromatické látky pražené a mleté kávy, aby se v požadovaném balení rozpustné kávy vytvořila ve sklenici pod "uzávěrem" vrstva požadovaného arómatu.

P ř í k l a d

Vodný kávový extrakt mající obsah 33 % rozpustné sušiny byl připraven rekonstitucí rozprášené suché kávové sušiny. Tento extrakt byl rozprášen do otevřené nádoby obsahující kapalný dusík, načež částice extraktu ihned zmrzly a rozptýlily se. Extrakt byl rozprašován pomocí dvou tekutin, skleněnou atomizační tryskou (chromatografická tryska byla získána od SGA Scientific, Inc. Fullerton, California) používající vzduch jako tlačnou tekutinu. Kapalný dusík a směs částic byly nality do mrazicích sušicích misek, kapalný dusík se nechal vyvařit a zůstalo ploché lože zmrzlých částic o tloušťce 1,16 až 3,2 mm. Misky byly umístěny do mrazicí sušičky a vystaveny vakuu 1,3 Pa a teplotě 50 °C po dobu 18 hodin. Vakuum v mrazicí sušičce bylo zrušeno suchým CO₂ a suché částice mající obsah vlhkosti pod 1,5 % byly z mrazicí sušičky vyndány a udržovány z dosahu vlhkosti. Bylo zjištěno, že suché částice mají takovou mikroporézní strukturu, že 30 mikrolitrů na gram kávové sušiny porézního prostoru obsahovalo póry o poloměru 15 nm nebo méně, přičemž nejčastěji se vyskytující velikost pórů v užitečném porézním prostoru byla menší než 3 nm.

Suché částice pak byly chlazeny v suchém ledu v suché atmosféře a smíchány s umletou kávou zmrzlou plynem, mající obsah vlhkosti mezi 10 až 15 % hmot. a hmotnostní poměr 0,2 dílů ledu na 1 díl částic. Směs se přendala do předchlazené nádoby opatřené děrovaným odvodušněním a nádoba byla skladována při -18 °C přes noc a během této doby se uvolňoval CO₂. Zchlazené částice mající obsah vlhkosti pod 6 % hmot. se pak balily do skleněných nádob s aglomerovanou ve vzhledu usušenou kávovou sušinou v množství 0,75 % hmot. Naplněné sklenice se pak skladovaly při 35 °C po dobu 8 týdnů. Po prvním otevření a během sedmidenního cyklu normálního používání, se linulo ze sklenice příjemné aróma, které bylo přinejmenším tak dobré jako aróma vydávané sklenicemi podobně uskladněnými s aromatizovanou aglomerovanou kávou usušenou rozprášením, kde káva byla smíchána s plynem obohaceným kávovým olejem. Tyto olejem očkované vzorky byly připraveny podle patentu USA č. 4 119 736 s použitím množství rozemletého plynového ledu pro každou hmotnostní jednotku rozpustného produktu srovnatelného s množstvím použitým pro vzorek provedený podle vynálezu.

Jak bylo shora uvedeno, arómatem byla opatřena obchodní rozpustná káva naočkováním oleje do glyceridu jako nositele aróma (např. kávový olej do rozpustného prášku). Rovněž se prováděla sorpce kávových aromatických látek olejem očkovanou rozpustnou kávou a tato technika je uvedena v patentu USA č. 3 823 241 autorů Patel a kol. Avšak dříve se myslelo, že je nemožné vstřebávat velké množství aromatických látek přímo do rozpustné kávové sušiny tak, aby se v ní aromatické látky zadržely. V patentu Patela a kol. se uvádí, že při postupném otvírání nádob s rozpustnou kávou (tj. při cyklu používání), konsument bude stále vnímat aróma. To platí pro obvyklé výrobky sušené rozprašováním, sušené v pění a sušené vymrazováním upravené způsobem podle patentu Patela a kol.

Avšak tento nedostatek neexistuje u mikroporézních rozpustných kávových částic majících užitečný porézní prostor podle vynálezu. Jak bylo výše poznamenáno, obvyklá káva sušená rozprášením nevykazuje mikroporézní strukturu, přičemž v obvyklé kávě sušené ze zmrazeného stavu poloměr póru je většinou 1 000 nm a užitečný porézní prostor (kde póry mají nejvýše poloměr 15 nm) je bezvýznamně malý nebo úplně chybí.

Průmyslové využití

Mikroporézní granule rozpustné kávy podle vynálezu jsou nejužitečnější jako sorbent aromatických látek pražené a mleté kávy, které se mají uvolňovat při otevření nádoby s rozpustnou kávou. Výrobek podle vynálezu neobsahuje žádný kávový olej jako sorbent aromatických látek a tím odpadájí výrobní potíže spojené s glyceridy. V tomto ohledu rozpustný balený kávový výrobek podle vynálezu, sestávající z rozpustné kávy, obsahující málo aróma nebo vůbec žádné aróma, smíchané s malým množstvím granulí obohacených vysoce aromatickými látkami, představuje největší technický pokrok v oblasti výroby rozpustné kávy, zejména proto, že aromatické látky vstřebané mikroporézními granulemi mají výbornou stabilitu během prodlouženého skladování při inertních podmínkách, které normálně existují v balených výrobcích rozpustné kávy.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby vymrazováním sušených mikroporézních rozpustných částic kávy, majících objem pórů 3 až 30 mikrolitrů na gram pevných částic, vyznačený tím, že se rozstříkuje vodný extrakt kávy do kryogenní kapaliny o teplotě -100 až -210 °C a suší se vymrazováním.