Octrooiraad

(10) A **Terinzagelegging** (11) **7907861**

Nederland (19) **NL**

(54) **Werkwijze voor het coffeinevrijmaken van ruwe koffie.**

(51) Int.Cl³.: A23F5/20.

(71) Aanvrager: Fried. Krupp Gesellschaft mit beschränkter Haftung te Essen, Bondsrepubliek Duitsland.

(74) Gem.: Ir. G.F. van der Beek c.s.
NEDERLANDSCH OCTROOIBUREAU
Joh. de Wittlaan 15
2517 JR 's-Gravenhage.

(21) Aanvrage Nr. 7907861.

(22) Ingediend 25 oktober 1979.

(32) Voorrang vanaf 28 oktober 1978.

(33) Land van voorrang: Bondsrepubliek Duitsland (DE).

(31) Nummer van de voorrangsaanvrage: P 2846976 .

(23) - -

(61) - -

(62) - -

(43) Ter inzage gelegd 1 mei 1980.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

N.O. 27.989

Werkwijze voor het coffeïnevrijmaken van ruwe koffie.

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het coffeïnevrijmaken van ruwe koffie door extractie van de ruwe koffie met een bovenkritisch oplosmiddel.

Een in de praktijk toegepaste werkwijze voor het coffeïnevrijmaken bestaat uit de volgende werkwijzetrappen:

voorbehandeling van de ruwe koffie, vloeistofextractie met oplosmiddelen, zoals di- en trichlooretheen, chloroform en benzeen, verwijdering van het oplosmiddel uit de ruwe koffie door afdampen, drogen van de vochtige ruwe koffie. Deze bekende werkwijze is zeer kostbaar en ingewikkeld en bovendien kan niet worden uitgesloten, dat oplosmiddelresten in de ruwe koffie achterblijven en dat een zekere denaturering van de ruwe koffie optreedt. Uit het Duitse octrooischrift 2.005.293 is een werkwijze voor het coffeïnevrijmaken van ruwe koffie bekend, waarbij de coffeïne uit de ruwe koffie met vochtig kooldioxide in bovenkritische toestand, in het bijzonder bij een temperatuur van 40 - 80°C en een druk van 120 - 180 at, geëxtraheerd wordt. De coffeïne wordt hetzij door adsorptie aan actieve kool hetzij door ontspannen uit de gerecirculeerde kooldioxidestroom verwijderd. Uit het Duitse octrooischrift 2.005.293 blijkt, dat de extractie van het coffeïne door kooldioxide daarop kan worden teruggevoerd, dat kooloxide zich niet inert ten opzichte van een water bevattende coffeïne-oplossing gedraagt. Derhalve kan niet uitgesloten worden, dat kooldioxide zich ook niet ten opzichte van andere in de ruwe koffie aanwezige stoffen inert gedraagt. Een werkwijze voor het scheiden van organische stofmengsels met bovenkritische gassen is ook uit het Duitse "Auslegeschrift" 1.493.190 bekend.

Aan de uitvinding lag het probleem ten grondslag, een eenvoudige werkwijze voor het coffeïnevrijmaken van ruwe koffie te verschaffen, welke werkwijze een hoge coffeïne-opbrengst bij een hoge zuiverheid van de coffeïne gerandeert en waarbij bovendien een denaturering van andere bestanddelen van de ruwe koffie vermeden wordt. Het aan de uitvinding ten grondslag liggende probleem werd op verrassenderwijze opgelost, doordat ruwe koffie, waarvan het watergehalte op 35 - 40 gew.% ingesteld is, met bovenkritisch propaangas bij een druk van 43 - 300 bar en een temperatuur van 97 - 150°C geëxtraheerd wordt, waarbij door het bovenkritische propaan uit de ruwe koffie een gedeelte van het water en de coffeïne opgenomen en vervolgens uit het bovenkritische propaan door uitwassen met water bij gelijk-

tijdige verlaging van de druk en/of de temperatuur of verhoging van de temperatuur boven de extractietemperatuur afgescheiden worden en waarbij het coffeïnevrije propaan in de extractietrap teruggevoerd wordt, terwijl de door de extractie reeds gedeeltelijk gedroogde ruwe koffie nagedroogd wordt.

Het volgens de uitvinding gebruikte propaan verschilt van kooldioxide op verrassenderwijze met betrekking tot de extractiewerking en de selectiviteit. Kooldioxide kan chemisch als anhydride van koolzuur beschouwd worden. Het CO_2-molecuul is een zwak Lewis-zuur, wat aan de reactie in water bevattende oplossing te zien is. CO_2 addeert als Lewis-zuur een als Lewis-base werkend watermolecuul en vormt door protonenomlegging koolzuur. Deze eigenschap van het CO_2-molecuul kan met behulp van het M-O-model op de elektronendichtheidverdeling in het molecuul teruggevoerd worden. De ladingsdichtheid van de π-molecuulbanen is aan de beide zuurstofatomen groter dan aan het koolstofatoom, daar de 2p-banen van het zuurstofatoom energie-armer zijn dan de overeenkomstige atoombanen van het koolstofatoom. Dit betekent, dat de C-O-binding in het CO_2-molecuul polair is. Het relatieve elektronengebrek aan het C-atoom maakt dit tot een aantastingspunt voor Lewis-basen. Daarentegen bezit het propaan geen vergelijkbare eigenschappen. De C-H-binding van de alkanen is zoals bekend praktisch niet polair en de elektronendichtheidverdeling in het propaanmolecuul is homogeen. Dit komt ook tot uitdrukking doordat propaan, zoals alle paraffinen, chemisch relatief inert is. De verschillende elektronendichtheidverdeling van CO_2 en propaan werkt ook op de fysische eigenschappen van beide gassen. Een verder verschil van beide gassen ligt ook hierin, dat zij tot twee verschillende chemische stofklassen behoren. Terwijl propaan tot de homologe reeks van de niet polaire alkanen behoort, is CO_2 een met distikstofoxide isoelektronisch oxide.

Met de werkwijze volgens de uitvinding is een hoge coffeïneopbrengst bij een hoge zuiverheid van het coffeïne en een milde behandeling van de ruwe koffie te bereiken, waarbij in het bijzonder de verdere bestanddelen van de ruwe koffie onveranderd verkregen blijven. Deze voordelige werking van de werkwijze volgens de uitvinding was in het bijzonder met betrekking tot het Duitse octrooischrift 2.005.293 niet te verwachten.

De werkwijze volgens de uitvinding kan bijzonder voordelig worden uitgevoerd, wanneer de extractie bij een druk van 100 - 150 bar en een temperatuur van 97 - 120°C wordt uitgevoerd.

De uitvinding wordt nader toegelicht aan de hand van het volgende voorbeeld.

Voorbeeld

231 g ruwe koffie (niet gerooste bonen) met een coffeïnegehalte van 1,15 gew.% worden met water of waterdamp zolang bevochtigd, tot het watergehalte 35 - 40 gew.% bedraagt. De vochtige ruwe koffie wordt aansluitend in een verhitbaar drukvat 6 uren bij 115 bar en 120°C met propaan geëxtraheerd, dat een zuiverheidsgraad van 99,5 gew.% bezit. Tijdens de extractie wordt aan de ruwe koffie ook een gedeelte van het water onttrokken. Na de extractie wordt de ruwe koffie uit het drukvat afgevoerd en nagedroogd, terwijl het bovenkritische water en coffeïne bevattende propaan in een afscheidingsinrichting tot 10 bar ontspannen en tot 42,5°C afgekoeld wordt. In de afscheider wordt aan de propaanstroom een waterstroom in tegenstroom toegevoerd, welke uit het propaan het coffeïne en het meegevoerde water uitwast. Uit de waterfase wordt het coffeïne door kristallisatie gewonnen. De coffeïne-opbrengst bedraagt 75,6%.

C O N C L U S I E S

1. Werkwijze voor het coffeïnevrijmaken van ruwe koffie door extractie van de ruwe koffie met een bovenkritisch oplosmiddel, m e t h e t k e n m e r k, dat men de ruwe koffie, waarvan het watergehalte op 35 - 40 gew.% is ingesteld, met bovenkritisch propaan bij een druk van 43 - 300 bar en een temperatuur van 97 - 150°C extraheert, waarbij door het bovenkritische propaan uit de ruwe koffie een gedeelte van het water en de coffeïne opgenomen en vervolgens uit het bovenkritische propaan door uitwaasen met water bij een gelijktijdige verlaging van de druk en/of de temperatuur of verhoging van de temperatuur boven de extractietemperatuur afgescheiden worden en waarbij men het coffeïnevrije propaan in de extractietrap terugvoert, terwijl men de door de extractie reeds gedeeltelijk gedroogde ruwe koffie nadroogt.

2. Werkwijze volgens conclusie 1, m e t h e t k e n m e r k, dat men de extractie onder een druk van 100 - 150 bar en bij een temperatuur van 97 - 120°C uitvoert.
