

KRALJEVINA SRBA, HRVATA I SLOVENACA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

KLASA 53 (1)

IZDAN 1. OKTOBRA 1927.

PATENTNI SPIS BR. 4514.

**Internationale Nahrungs — & Genussmittel-Aktiengesellschaft,
Schaffhausen, Švajcarska.**

Postupak za izolovanje arome iz kafe kod pržene kafe.

Prijava od 16. januara 1926.

Važi od 1. jula 1926

Traženo pravo prvenstva od 23. januara 1925. (Nemačka).

Problem izolovanja aromatičnih sastojaka u prženoj kafi već je nekoliko puta proučavan, ali do sada bez uspeha. Za izolovanje tih aromatičnih sastojaka predlagani su vrlo različiti putevi. Tako je pržena i mlevana kafa tretirana raznim materijama za rastvaranje da bi se dobili aromatični sastojci isparavanjem tih rastvarača. Robiquet i Boutron (Pharm. Centralblatt 1837) str. 410, Journal de Pharm. (1837) mart, 101—109 radili su za pomenuti način; i sam Cech (J. pr. Ch. 22, 395 1880) radio je po istoj metodi. Ali ovaj postupak nije podesan, jer se disolventima ne izvlače samo aromatični sastojci već i izvestan broj i drugih proizvoda, kao npr. masne materije i ulja a krajnje odvajanje se ne može postići. Verovatno odvajanje znatnih količina disolvenata potrebnih za izvlačenje aromatičnih sastojaka u vrlo isparljivim delovima, pričinjava te teškoće. Isto tako pokušavano je da se aromatični sastojci iz uprašene kafe izvuku direktnim zagrevanjem, (vidi Lampadius Pharm. Centralblatt 1832, str. 225, Erdmann's Journ. VIII, 1—18, 164—136 (1832)). Ovaj postupak izgleda da je potpuno nepodesan, jer su aromatični sastojci većim delom uništeni i izmešani sa proizvodima raspadanja, koji se obrazuju za vreme prženja kafe na visokoj temperaturi. Većina istraživača u cilju izolacije arome iz kafe bazirali su se na opažanju: da su aromatični sastojci ispareni sa vodenom parom i oni su pokušali da ih povuku sa vodenom parom, tako te npr. Paven (Compt. rend. 22, 724 (1846); Compt. rend.

23, 8 i 244 (1847); Annal. chim. i phys. (3) 26 108 (1849) destilisao vrlo vodnjikavu infuziju kafe i on opisuje da tako dobivena aroma kafe i povučena vodenom parom, ima oblik ulja. Medju najnovijim radovima naročito su interesantna, opsežna istraživanja Ernst Erdmann (izveštaji nemačkog hemiskog društva 35, 1846 (1902) po kojima je pržena kafa tretirana vodenom parom u cilju vadenja aromatičnih materija, Grafe (Wiener Monatsh. 33, 1389; Chem. Centralbl. 1913. I. (1051) i potom Bertrand i Weissweiler (Compt. rend. 157, (I) 212 (1913); Chem. Centralbl. 1913, II, 1146; Chem. Centralbl. 1914, I. 789) radili su po istoj metodi. Ni sam ovaj postupak nije više podesan za racionalno dobijanje arome iz kafe, jer su potrebne vrlo velike količine vodene pare i što se krajnje odvajanje vrlo malih količina aromatičnih principa u stvari ne može izvesti.

Engleski patenti Br. 19882/1889, 17363/1891, i francuski patent Br. 321981 sadrže nagoveštaje za dobijanje arome iz kafe zagrevanjem pržene kafe i mlevenjem u vakuumu. Na ovaj način aromatični mirisi su uklonjeni ih iste i pare se najzad kondenzuju u vodom rashladjenim refrigeratorima, pri čem se tako u tečnost pretvoreni aromatični sastojci skupljaju u sudove. U engleskom patentu Br. 17363/1891, pokazano je osim toga, da se refrigeratori prvenstveno hlade do 20°.

Naša opširna ispitivanja za dobijanje aromatičnih sastojaka iz kafe i o njihovoj prirodi, pokazala su da se svi gornji postupci

ne mogu upotrebiti za potpuno izoliranje tih aromatičnih materija. Čak i poslednjem metodom, koja se sastoji u zagrevanju pržene kafe u vakuumu, i kondenzovanjem aromatičnih supstanci u refrigeratorima, gube se izvesni glavni sastojci arome, jer su supstance, koje su jedini uzrok prijatne arome u kafi, mnogo isparljivije da bi se mogle dobiti pod tim uslovima. Potrebno je, da bi se mogle izolovati sve aromatične supstance po njihovom izganjanju iz kafe zagrevanjem u vakuumu, ohladiti na mnogo niže temperature, nego što je smatrano do sad, na -80° , čak na -160° . Ova nova metoda nije mogla biti uzeta u obzir u ono vreme, jer se još nije znalo tačno o sastavu arome i ovaj metod nije bio čak ni pomenut, jer, prema postojećim opažanjima, do sada je smatrano da su glavni delovi arome bili vrlo malo isparljivi. Tako npr. E. Erdmann (Ber. 35, 1846 (1902) misli da je glavna materija karakterističnog mirisa arome azotasto ulje i bezbojno, čija je tačka ključanja 93° na 13 mm. pritiska. Po novom postupku moguće je, primenom vrlo niskih temperatura za kondenzaciju, dobiti sve važne materije za aromu. Vrlo isparljive materije, koje se nisu mogle dobiti po starim postupcima jesu sledeće: alifatični o-diketoni, kao diacetil, zatim alifatični aldehidi npr. etiličan aldehyd i metil-etil-acetaldehyd, dakle materije koje sve doprinose aromi.

Jasno je, da bi se moglo misliti i na smanjivanje isparljivosti aromatičnih materija, time, što bi se one vadile iz kafe pod atmosferskim pritiskom, hladjenjem pomoću vode, eventualno ledom, koliko bi isti bio dovoljan za kondenzaciju. Ali u tim okolnostima, mora se kafa zagrevati na mnogo većoj temperaturi, na kojoj se znatno aromatične materije delom razoravaju, te otuda imao manje iskorišćenje a naročito vrlo nepotpunu aromu.

Naprotiv, nova metoda za rad, omogućava potpuno izganjanje aromatičnih supstanci zagrevanjem u vakuumu i kondenzovanjem pomoću hladjenja na pokazani način.

Zagrevajući prženu kafu u vakuumu, aromatične materije izlaze sa malom količinom vode, koja se nalazi u kafi. Jasno je, da se najveći deo te vode kondenzuje u prvom sudu hladjenom pomoću leda, dok se mnogo isparljivije aromatične materije prelazeći u sledeće sudove zadržavaju u ovima. Mešajući sadržinu svih sudova, može se dobiti aroma, koja potpuno liči na aromu kafe, jer ona sadrži sve njene sastojke. Sličan rezultat nije se mogao dobiti predjašnjim materijama, jer su prema ovima, kao što je rečeno, izgubljeni vrlo isparljivi i bitni sastojci arome.

Da bi se potpuno isterale aromatične supstance iz pržene kafe, mogu se uneti slabe količine vodene pare za vreme evakuacije ili

se pak može unositi voda u aparat mešajući je na podesan način. Ali tako isto moguće je ovlažiti malo kafu pre zagrevanja, dodajući joj npr. 1 do 5% vode; zatim zagrevanjem ovlažene kafe u vakuumu, isteruju se i potpuno sve aromatične supstance i ove se mogu skupiti u hladjene sudove. Još ranije, predlagano je, da se unose vodena para, da se zagreva ovlažena kafa, u cilju dobijanja aromatičnih principe, i to u patentima engleskim Br. 3437 (1879) i Br. 21019 (1890). Da bi se mogle potpuno izvući aromatične supstance a naročito isparljivi sastojci, potrebno je tako isto, da se radeći po ovim metodama hladi više, no što traži kondenzacija vode, dakle treba uključiti sudove hladjene do 20° čim se voda kondenzuje u sudovima hladjenim ledom. Ovde se više ne može predvideti korist novog postupka, jer je ranije trebalo znati da se aromatične supstance mogu mnogo lakše kondenzovati.

Najzad je moguće postupati tako da se, po destilaciji u vakuumu prvih vrlo isparljivih aromatičnih materija, ponovo tretira sad potpuno suva kafa sa malom količinom vode u vakuumu. Cilj je ovog postupanja potpuno izganjanje svih aromaticnih materija. Jasno je da se ovaj postupak može ponoviti nekoliko puta.

Temperatura, na koju treba dovesti prženu kafu radi izvlačenja aromatičnih materija zavisi od vakuuma, i u koliko je pritisak u aparatu manji u toliko manje treba zagrevati prženu kafu. Iskorišćenje i kvalitet aromatičnih materija jesu naročito povoljni ako se radi na niskoj temperaturi i sa dobrim vakuumom. Sa vakuumom od 2 do 5 mm. u aparatu npr. dovoljno je zagrevati do $100-110^{\circ}$, da bi se izvukle aromatične materije.

Postupno izvlačenje aromatičnih materija izvadjenih iz pržene kafe i kondenzovanih bez promene i razlaganja, lako je izvesti, jer se pomenute materije ne moraju odvajati sem sa malom količinom vode. Izolacija se može izvesti sa malim količinama disolvenata, čija je tačka ključanja niska, npr. etar, benzin, etar i petroleum, hloroform, metil-hlorir, ili etil hlorir, a vodnjikavi delovi sadrže materije bez važnosti po aromu. Proizvodi, koji sačinjavaju aromatičnu supstancu u prženoj kafi prešli su u organske disolvente, koji su upotrebljeni, i mogu se odvojiti destilacijom tih disolvenata. U isto vreme aromi škodljivi sastojci mogu se odvojiti fizičkim ili hemiskim putem, tako isto i kiseline, koje smetaju mirisu i koje vrše razorno dejstvo na aromu kafe, koja je ostavljena sama sebi, kao što je npr. sirćetna kiselina, koja se može ukloniti mešajući nekoliko puta proizvod sa vodom ili tretirajući je rastvorom kakvog karbonata ili bikarbonata.

Aromatične supstance mogu se tako isto

odvojiti iz vode dodavanjem tih supstanci masnim materijama ili uljima. Masti i ulja napijena aromatičnim supstancama mogu neposredno služiti dole izloženim svrhama.

Zatim je moguće izolovati aromatične principe destilisući kondenzovane proizvode, t. j. mešanjem aromatičnih materija sa vodom, eventualno propuštanjem vodene pare. Za tu svrhu korisno je raditi u vakuumu; na taj način se aromatične supstance lako prečišćavaju destilacijom, koja se obnavlja u vakuumu u priststvu vodene pare, pri čem se druge nečistoće istovremeno mogu lako ukloniti. Po ovoj destilaciji, aromatične supstance se mogu lako odvajati iz vode, bilo same bilo dodavanjem disolvenata, masti ili ulja.

Najzad se mogu spojiti obe materije i destilisati samo vrlo isparljive aromatične materije u samom vakuumu ili sa vodenom parom ili sa vodenom parom i vakuumom, i skupljati destilisane proizvode u hladjene sudove, i dodati supstance manje isparljive disolventima, mastima ili uljima.

Aromatične materije dobivene po jednom ili drugom postupku obrazuju po primenjenoj metodi ulje, koje ima boju između žute i

mrke nianse; to ulje ima miris kafe vrlo jako mlevene. Ovo se ulje dodaje, bilo u čistom stanju bilo posle mešanja sa dva organska disolventa, čvrstim ili tečnim hranljivim proizvodima u cilju dobijanja arome pržene kafe. Za istu svrhu mogu služiti kondenzati sa vodom bez potrebe da se ova udalji. Najzad se u istom cilju mogu upotrebiti ulja i masti, koji sadrže aromatične supstance iz kafe prema gornjim metodama.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za izolovanje arome iz pržene kafe zagrevanjem iste u vakuumu, naznačen time, što se za potpunu kondenzaciju iako dobivenih aromatičnih supstanci upotrebljavaju temperature ispod 20° C.

2. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se vodena para uvodi, za vreme zagrevanja kafe u vakuumu, ili se dodaju kafi male količine vode mešanjem na podesan način.

3. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se pre zagrevanja pržena kafa meša sa malim količinama vode i najzad se zagreva samo u vakuumu.

Postupak za spravljanje veštačke arome kafe i njena tehnička primena.

Prijava od 12. oktobra 1926.

Važi od 1. avgusta 1927.

Traženo pravo prvenstva od 4. novembra 1925. (Nemačka).

Predmet patenta je spravljanje veštačke arome (mirisa) kafe, mešanjem materija, koje se nalaze u čistom ulju ispržene kafe ili njima sličnih materija, koje se ili veštački spravljavaju ili se dobijaju iz prirodnih proizvoda, kao i primena dobivenih proizvoda, da bi se drugim materijama dala aroma ispržene kafe.

O materijama, koje su važne za dobijanje arome, nije do sada ništa stvarno poznato nasuprot mnogih i skupih ogleda. Jedino su do sada pronađene u aromi, takozvanom ulju iz kafe, odn. u prženim proizvodima ove materije: piridin, fururalkohol, furural, malol, aceton, sirćetna kiselina, valerian-kiselina, koja važi kao metil-estina sirćetna kiselina, dalje hidrohinon, i fenoli sa mirisom kreozola, sve materije, koje pojedina ili pomešane ne daju aromu kafe. E. Erdmann našao je najzad barbojno ulje, koje sadrži azol, sa tačkom ključanja 93° na 13 mm, za karakteristični miris arome, dok je Bernheimer verovao, da je fenolderivat tzv. kafeol glavni nosilac arome. Naslućeno je da se nalaze ove materije: pirol, furfuran, fimeilamin i metilamin mravijska kiselina, rezorcin.

Pronađen je sada nov postupak za dobijanje mirisnih materija iz pržene kafe, opisani u patentu broj 4514 po kome se spravljen i analizirane velike količine arome, iz toga proizlazi, da se ulje iz kafe sastoji

iz smeše različitih tela, uspelo se da se najvažnije materije izoluju, izjednače i da se tako dobije objašnjenje o postojanju arome, i to nalaze se sledeća jedinjenja u aromi: sumpor-vodonik, metil merkaptan, furfuralmerkaptan, i viši merkaptani, dimetil-sulfid i viši sulfidi, acetaldehid, metil-estilacet-aldehid, furfural, metil-furfural, aceton, viši estifalični aldehidi i ketoni, ketoni furanovog reda, diacetil, i acetil-propionil, oksisulfidi i merkaptani ovih karbonilnih jedinjenja sa gore navedenim merkaptanima, metil-alkohol, viši alifatični alkoholi, aceton, furfural-alkohol, sirćetna kiselina, izovalerijan-kiselina, i više masne kiseline, palmilna kiselina, ester obeju prvih kiselina sa pomenutim alkoholima fenol, brencetohin, guajakol, viši guajakol, 2, 3 — dioksiacetalofenon, dalji viševalentni fenoli i fenolni etar, malol piridin, pirazin, metil-pirazin, azolni metil-pirol, 2, 3 i 2, 6 — dimetil-pirazin, viši homologi pirazina, azolni metil-pirol, azolid furfural-pirol, dalji viši pirol i furan-derivati i najzad naftalin.

Ove materije nalaze se u promenljivim razmerama u aromi kafe, iz čega se vopile objašnjava to, da se miris jako menja prema vrsti kafe i načinu prženja. Sintetična aroma može se dobiti mešanjem ovih materija, koje se mogu sintetički dobiti iz drugih materija ili se dobijaju kao prirodni proizvodi pri tom se mogu uzeti slične i jednake materije.

