



NORGE
[NO]

STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN

[B] (11) ÚTLEGNINGSSKRIFT Nr. 158121

(51) Int. Cl.⁴ A 23 F 5/46

(21) Patentsøknad nr. 833585

(22) Inngitt 03.10.83

(24) Løpedag 25.09.79

(62) Avdelt fra søknad nr. 793081

(41) Alment tilgjengelig fra 11.04.80
(44) Søknaden utlagt, utlegningskrift utgitt 11.04.88
(30) Prioritet begjært 10.10.78, US, nr. 950337.

(54) Oppfinnelsens benevnelse **FREMGANGSMÅTE FOR FREMSTILLING AV AROMABELAGTE
MIKROPORØSE KAFFEPARTIKLER.**

(71)(73) Søker/Patenthaver **GENERAL FOODS CORPORATION,
250 North Street,
White Plains, NY 10625,
USA.**

(72) Oppfinner **STEPHEN FRANCIS HUDAK,
Croton-on-Hudson, NY,
FOUAD ZAKI SALEEB,
Pleasantville, NY,
USA.**

(74) Fullmektig **Siv.ing. Sigrun E. Græsboell,
Bryn & Aarflot A/S, Oslo.**

(56) Anførte publikasjoner **Ingen.**

Løselige pulverformige drikker, f.eks. forstøvningstørkede kaffe- eller te-produkter, er relativt blottet for aroma sammenlignet med deres opphavsmateriale, nemlig brent og malt kaffe og fermenterte teblader. Den samme lav-aroma-situasjon er til stede hos tørket frukt-juice, f.eks. frysetørket appelsinjuice, sammenlignet med naturell frukt som juicen er oppnådd fra. Lavaroma-intensitet er også til stede i visse typer av brent kaffemateriale, f.eks. de fleste koffeinfrie kaffetyper og de komprimerte brent-kaffe-materialer som er beskrevet i US-patentskrifter nr. 1.903.362, 3.615.667 og 4.261.466. Disse lav-aroma-drikkeprodukter har en opprinnelig liten aromamengde, slik at ved den første åpning av produktet hos forbrukeren påvises bare et lavt aroma-anslag, og den eventuelle aromamengde som er til stede i produktet, forsvinner hurtig etter at man først har åpnet beholderen, slik at når man senere åpner beholderen under en typisk bruks-syklus for produktet, så vil det strømme ut lite eller intet aromastoff.

Det skal bemerkes at betegnelsene "kaffeprodukt" og/eller "teprodukt" slik de her brukes, skal bety ikke bare slike materialer som består av 100% kaffe og/eller te, men skal også bety kaffe- eller te-erstatninger eller drøyede kaffe- eller te-produkter som kan inneholde brent korn, sikori og/eller andre vegetabiliske materialer, alene eller i kombinasjon med kaffe og/eller te.

Til dato har de største anstrengelser for å tilføye naturlig aroma til matvareprodukter fokusert på tilsetning av brent-kaffe-aroma til løselig kaffe, f.eks. forstøvningstørket eller frysetørket kaffe. Det vil være forståelig at fremskrittet ved foreliggende oppfinnelse er på området aromatisering av løselige kaffeprodukter. Imidlertid er det også innen oppfinnelsens ramme å anvende den på aromatisering av andre matvareprodukter.

Nå for tiden kombineres faktisk all kommersiell løselig kaffe med kaffeolje, f.eks. ved forstøvning av den løselige kaffe før forpakning, enten med en ren eller en aroma-anrikt kaffeolje. På denne måte vil det løselige kaffemateriale ha en aroma som er mer i slekt med ikke-avkoffeinert malt og brent kaffe. Tilsetning av olje utføres vanligvis ved den velkjente

158121

2

oljebelegningsteknikk (oil plating technique) (beskrevet i US-patentskrift nr. 3.148.070) eller ved oljeinspeksjon (beskrevet i US-patentskrift nr. 3.769.032).

Kaffeolje med eller uten tilføyde aroma har vært det foretrukne medium som er anvendt for aromatisering av kaffe-materiale, siden slike produkter fremdeles kunne betegnes som ren kaffe. Imidlertid er teknikker som er utviklet for fremstilling av kaffeolje (se Sivetz: Coffee Processing Technology, bind 2, Avi Publishing Company, 1963, s. 21-30), f.eks. løsningsmiddel-ekstrahering eller utpressing av kaffeolje fra brent kaffe, ikke særlig ønskelige, siden produsenten sitter igjen med enten løsningsmiddelholdig brent kaffe eller utpresset kake, som begge enten må foredles videre eller forkastes. Tilsetning av olje til et kaffeprodukt har også vist seg å innebære vanskeligheter ved det at, uønsket, oljedråper kan opptre på overflaten av den flytende drikk som fremstilles av det oljeholdige produkt. Derfor ville det være fordelaktig hvis det ble utviklet fremgangsmåter for aromatisering av kaffeprodukter hvor det ble anvendt utelukkende kaffe eller andre vegetabiliske materialer, men som ikke krevet produksjon eller anvendelse av kaffeolje eller annet glycidylmateriale.

En fremgangsmåte for aromatisering av matvareprodukter som ikke må basere seg på syntetiske materialer eller kjemisk modifikasjon av naturlige materialer, ville ha anvendelser i matvare-industrien i tillegg til kaffe- og te-produkter. Pulveriserte fruktjuicer, pulveriserte drikk-konsentrater med fruktaroma og gelatindessert-mikser er bare noen av de mulige anvendelser. Anvendelsen av utpressede aromatiske oljer, f.eks. appelsinolja og sitronolja, har vært praktisert på matvare-området, men ustabiliteten til disse oljer har begrenset deres bruk. Hvis de aromater som inneholdes i enten disse oljer eller andre steder i et næringsmiddelmateriale var i stand til å bli holdt på stabil måte i naturlige vegetabiliske materialer, kunne naturlige aromastoffer innarbeides i en rekke matvareprodukter.

Vannløselige partikler av spiselige materialer oppnås ved tørking av vandige løsninger av vegetabiliske materialer så som

kaffe, te, sikori, frukt og lignende. Disse partikler fremstilles på slik måte at partiklene får en gjennomsnittlig (basisfordeling i vekt%) diameter som er under 200 μm , fortrinnsvis under 150 μm , vanligvis mellom ca. 50 μm og 150 μm , og har en mikroporøs struktur som inneholder mikroporer som har en mest sannsynlig radius på under 150 ångstrøm (Å), fortrinnsvis mindre enn ca. 110 Å, mer fortrinnsvis mindre enn 50 Å. En mest sannsynlig radius på mellom 10 og 35 Å har vist seg å være mest foretrukket for denne oppfinnelse. Mikroporer som er mindre enn ca. 15 Å har, selv om de antas å være ønskelige for formål i henhold til oppfinnelsen, ikke vist seg å være lett oppnåelige og sees å utgjøre en praktisk nedre grense for den mest sannsynlige radius-parameter. En poreradius på mindre enn ca. 3 Å er ikke ønskelig, siden en så liten størrelse ville ekskludere molekyler av aromatiske forbindelser som søkes fiksert innen den mikroporøse struktur.

Fremgangsmåten i henhold til foreliggende oppfinnelse, for fremstilling av aromabelagte mikroporøse kaffepartikler, er karakterisert ved at en vandig løsning av kaffe sprøytes inn i et vannfritt organisk løsningsmiddel som vil dehydratisere løsningen og danne mikroporøse partikler av løselige faststoffer med gjennomsnittlig partikkelstørrelse under 200 μm i diameter, hvoretter partiklene skilles fra det vannholdige løsningsmiddel og restløsningsmiddel fjernes, og de mikroporøse partikler lades med flyktige aromastoffer.

Den fine porestruktur til de porøse partikler som fremstilles i henhold til oppfinnelsen ble bestemt ut fra analyse av adsorpsjon/desorpsjons-isotermene til karbondioksydgass på disse partikler ved -78°C . En standard volumetrisk gassadsorpsjonsapparat helt av glass ble anvendt mens man fulgte de prosesser som er anerkjent av fagmannen på området når det gjelder overflatekjemi (Brunauer, S., "THE ADSORPTION OF GASES AND VAPORS" bind 1, Princeton Univ. Press, 1945). Normalt bestemmer man adsorpsjons-isotermene først, ved måling av de mengder av CO_2 som adsorberes ved forskjellige, mens suksessivt økende likevektstrykk, og reduserer deretter trykket slik at man oppnår desorpsjons-grenen til isoterme.

158121

4

Desorpsjons-isotermene er vanligvis resultat av ordinær flersjiktsadsorpsjon og kondensasjon i porer, i hvilket tilfelle Kelvin's ligning, som vurderer senkningen av adsorbatets (CO_2) damptrykk på grunn av konkaviteten til væske-menisken i poren, kan anvendes. I sin enkleste form og idet man antar at det er fullstendig fukting av overflaten (null kontaktvinkel), gis poreradius (r) av følgende ligning:

$$r = \frac{-2\sigma V}{RT \ln P_d/P_0}$$

hvor σ er overflatespenningen til væskesorbatet (CO_2), V er dets molvolum, P_d er trykket ved desorpsjonsgrenen til isoterme, og P_0 er det mettede damptrykk (760 mm Hg for CO_2 ved -78°C). Kelvin-ligningen viser at det er et logaritmisk slektskap mellom poreradius og relativt trykk (P_d/P_0). Trangere porer fyller ved lavere relative trykk, videre porer ved høyere trykk, og hele porerommet fylles ved metningstrykket. Ytterligere raffinement ved Kelvin-ligningen må anvendes for å korrigere for gassadsorpsjon som inntreffer samtidig med gasskondensasjonen (Barrett, E.P., L.G. Joyner, P.P. Halenda; J. Amer. Chem. Soc. 73, 373 (1951)).

Databehandling utføres deretter slik at man oppnår de relative trykk og således gassvolumer (v) som er adsorbent og tilsvarer utvalgt(e) poreradius(-radier). Avsetninger av $\frac{\Delta v}{\Delta r} \frac{(\text{cc/g})}{(\text{Å})}$ mot r (Å) tilveiebringer porevolumfordelingskurver. Formen på disse fordelingskurver reflekterer ensartetheten eller spredningen av porer med forskjellige størrelser i en gitt prøve. Som det vil forstås av fagmannen på området, følger porestørrelsesfordelingen i et gitt porøst materiale generelt et klokke-formet kurvefordelingsmønster, og betegnelsen "mest sannsynlige radius" menes å referere til den radius som tilsvarer toppen av porevolumfordelingskurven.

De vandige løsninger som anvendes for fremstilling av de tørre partikler vil vanligvis bli oppnådd ved hjelp av en vandig ekstraksjon av et vegetabilsk materiale, f.eks. brent kaffe eller fermentert te, eller ved utpressing av en juice fra et vegetabilsk materiale, f.eks. appelsiner, epler, druer og lignende.

Forskjellige teknikker, f.eks. de som skal beskrives i det følgende, vil være tilgjengelige for fremstilling av partikler som har den ønskede mikroporøse struktur. Konvensjonell forstøvnings-tørking gir tørre partikler som ikke er i besittelse av en mikroporøs struktur. Konvensjonell frysetørking gir partikler hvor den mest sannsynlige poreradius ligger godt over 10.000 Å. Porer under 150 Å er nødvendige for innfangning av flyktige aromatiske forbindelser, slik som dem som finnes i kaffe- og tearoma, innen den mikroporøse struktur hos den tørre partikkel. Innfangningen av aromater i de tørre partikler ved foreliggende fremgangsmåte menes å være et resultat av både adsorpsjon og, mer betydningsfullt, kapillarkondensasjon (d.v.s. flytendegjørelsen av damper i porer). Aromatene holdes innen mikroporøs struktur uten nødvendigheten av noen belegning på overflaten av partiklene. En liten prosentdel av disse aromater vil imidlertid bli frigjort som resultat av det lave partialtrykk som utøves av de innfangede aromater. Mekanismen ved kapillarkondensasjon vil ikke inntreffe i porer av særlig stor størrelse der hvor overflatebelegget på partiklene vil være nødvendig for å bevare aromater.

De tørre porøse partikler som fremstilles i overensstemmelse med oppfinnelsen anvendes, etter at de er bragt i kontakt med ønskelige aromater, for å tilveiebringe topprom-aroma for forpakkede lavaromaholdige matvareprodukter, f.eks. de ovennevnte løselige kaffe- eller teprodukter. Disse partikler vil bli kombinert med matvareproduktet på et foretrukket nivå, i vekt, fra 0,1% til 2%, mest fortrinnsvis fra 0,2% til 1%. Typisk vil de tørre aromatiserte løselige partikler bare bli blandet med et tørt, pulverisert matvareprodukt med lav aroma.

Flere metoder er identifisert for fremstilling av tørre løselige partikler av spiselig materiale som er oppnådd fra vandige løsninger av vegetabiliske materialer, slik at de resulterende tørre partikler er under 200 μm i diameter og inneholder en porøs struktur hvor den mest sannsynlige poreradius er under 150 Å.

Forstøvning av en vandig løsning, fortrinnsvis med et faststoffinnhold på under 40 vekt%, typisk 25-35 vekt%, inn i et kryogent fluid som har en temperatur under -100°C , fortrinns-

158121

6

vis flytende nitrogen, og deretter frysetørking av de frosne partikler av løsning gir tørre mikroporøse partikler som har en mest sannsynlig poreradius på under 50 Å. Forstøvningen må produsere partikler som har en gjennomsnittlig partikkelstørrelse på under 200 μm i diameter slik at hele partikkelen vil fryses øyeblikkelig ved kontakt med det kryogene fluid. Det menes at øyeblikkelig frysing vil resultere i dannelselse av bare små iskrystaller i partikkelen. Hvis forstøvningsdråpene skulle overstige 200 μm i gjennomsnittlig diameter, så vil, selv ved flytende nitrogentemperatur, den frosne partikkel være i besittelse av de ønskede små iskrystaller bare på sin overflate og ikke gjennom hele sin struktur. Sublimering av disse små iskrystaller sees å gi den ønskelige mikroporøse struktur i henhold til oppfinnelsen. Anvendelse av et kryogent fluid som har en temperatur over -100°C har ikke vist seg å gi en mest sannsynlig poreradius på under 150 Å uten hensyntagen til diameteren av forstøvningsdråpene.

En annen fremgangsmåte for fremstilling av de tørre mikroporøse partikler er å forstøve den vandige løsning inn i et vannfritt organisk løsningsmiddel, f.eks. 100% etanol, som både vil dehydratisere ekstrakten og danne porøse sfærer av løselige faststoffer. Løselige kaffepartikler fremstilt på denne måte har vist seg å være i besittelse av en mest sannsynlig poreradius på under 50 Å. Det er også mulig å begynne med malte, forstøvningstørkede partikler, f.eks. løselig kaffe, og koke disse partikler i et spiselig organisk løsningsmiddel, f.eks. etanol, fortrinnsvis etter knusing, slik at man etser overflaten av partiklene og produserer en ønskelig porøs struktur. Det produseres partikler som har en gjennomsnittlig diameter under 200 μm i den hensikt å tilveiebringe tilfredsstillende overflateareal for løsningsmidlet til å etse slik at et tilstrekkelig antall ønskelige mikroporer produseres.

De mikroporøse partikler som produseres i henhold til oppfinnelsen kan innfange flyktige aromatiske forbindelser opp til ca. 2 vekt%. I aktuell praksis er det vanskelig å oppnå aromatemngder i overkant av 1%. Innfangning av aromater ved et nivå på mindre enn ca. 0,1 vekt% ville kreve tilsetning av aromatiserte partikler til det løselige matvareprodukt ved et

nivå på 5% eller mer. Det vil vanligvis være å foretrekke å tilsette de aromatiserte partikler ved et nivå på mindre enn 2 vekt%. Fortrinnsvis vil de aromatiserte partikler i henhold til oppfinnelsen inneholde aromater ved et nivå på 0,2% eller mer, typisk ca. 0,5%.

Frengangsmåten med å bringe de porøse partikler i kontakt med aromater for det formål å innfange aroma i partiklene kan variere. Anvendelsen av høyt trykk og/eller lave partikkeltemperaturer kan benyttes i den hensikt å gjøre aroma-opptaket størst mulig eller å forkorte det tidsrom som kreves for oppnåelse av et ønsket aromatiseringsnivå. Imidlertid kreves ikke slike betingelser. Dsest vil imidlertid være ønskelig å nedsette mengden av fuktighet til et minimum som kommer i kontakt med de løselige porøse partikler både før, under og etter aromatiseringen. Egnede kondensasjons-, fordampnings-, spyling- og/eller andre separasjonsteknikker kan anvendes for separering av fuktigheten og aromater som inneholdes i aromabærende gass-strømmer, aroma-frost eller flytende aromakondensater. Det kan også være ønskelig å separere aromater fra eventuell bærergass (f.eks. CO₂ som de er innfanget i). Blant de teknikker som er nyttige for adsorpsjon av aromater på de porøse substrater er: (1) anbringelse av både de porøse partikler og en kondensert CO₂-aromafrost som er godt blandet i et ventilert kar, fortrinnsvis over -40°C, og å tillate CO₂-andelen av frosten å sublimere av, (2) å innhulle både adsorpsjonsmidlet og en kondensert aromafrost i ett eller to forbundne trykk-kar og deretter heve temperaturen i det frost-holdige kar for fordampning av frosten og tilveiebringelse av forhøyet trykk, (3) å kombinere et høykonsentrert vandig aromakondensat med de porøse partikler ved et nivå ved hvilket det ikke i unødig grad fukter partiklene, (4) å kondensere aromater på avkjølte porøse partikler, (5) å lede en strøm av aromabærende, lavfuktighetsholdig gass gjennom et sjikt eller en kolonne av porøse partikler.

De aromater som kan anvendes i forbindelse med oppfinnelsen kan stamme fra hvilke som helst av de mange kilder som er velkjente for fagmannen på området. Avhengig av den kontaktmetode som skal anvendes, kan aromastoffene vær til stede som

158121

8

en komponent i en gass, et flytende kondensat eller en kondensert frost. Blant de aromastoffer som kan anvendes, er kaffeolje-aromastoffer, som beskrevet i US-patentskrift nr. 2.947.634, aromastoffer oppnådd under brenning av råkaffe, som beskrevet i US-patentskrift nr. 2.156.212, aromastoffer oppnådd under maling av brent kaffe, som beskrevet i US-patentskrift nr. 3.021.218, damp-destillerte flyktige aromastoffer oppnådd fra brent og malt kaffe, som beskrevet i US-patentskrifter nr. 2.562.206, 3.132.947, 3.244.521, 3.421.901, 3.532.507 og 3.615.665, og de vakuum-destillerte aromastoffer som er oppnådd fra brent og malt kaffe som beskrevet i US-patentskrifter nr. 2.680.687 og 3.035.922. Det ville naturligvis også være mulig å anvende flyktige syntetiske kjemiske forbindelser som dupliserer eller simulerer de aromatiske forbindelser som naturlig er til stede i brent kaffe, fermentert te eller andre aromatiske matvareprodukter.

De aromastoffer som absorberes på de mikroporøse partikler i overensstemmelse med oppfinnelsen, har vist seg å være stabile under forlenget lagring under inerte betingelser som dem som normalt eksisterer i forpakkede løselige kaffeprodukter. Disse absorberte aromastoffer er i stand til å produsere ønselig topprom-aroma i forpakkede produkter, og hvis de er til stede i tilstrekkelig mengde, kan de også gi ønskelige aroma-effekter.

Eksempel 1

En vandig kaffeekstrakt med et løselig faststoffinnhold på 33 vekt% ble fremstilt ved rekonstituering av forstøvninstørket kaffe-faststoff. Denne ekstrakt ble forstøvet inn i et åpent kar som inneholdt flytende nitrogen, hvoretter ekstraktpartiklene øyeblikkelig frøs og ble dispergert. Ekstrakten ble forstøvet ved hjelp av en to-fluids, glassatomiseringsdyse (en kromatografisk dyse oppnådd fra SGA Scientific, Inc.) under anvendelse av luft som det trykk-settende fluid. Det flytende nitrogen og partikkelblandingen ble hullet ned i frysetørkeskåler, og det flytende nitrogen ble tillatt å koke vekk og etterlot da et flatt sjikt av frosne partikler med tykkelse 1,6-3,2 mm. Skålene ble anbragt i en frysetørker og utsatt for et vakuum på

10 μ m Hg og en platetemperatur på 50°C i et tidsrom av 18 timer. Vakuemet på frysetørkeren ble brutt med tørr CO₂, og de tørre partikler som hadde et fuktighetsinnhold på under ca. 1,5%, ble fjernet fra frysetørkeren og holdt ute av kontakt med fuktighet. De tørre partikler viste seg å ha en mikroporøs struktur som inneholdt porer med en mest sannsynlig radius på 24-28 Å og en sikteanalyse som følger:

Standard US	
<u>Maskevidde</u>	<u>Vekt%</u>
på 80 (0,177 mm)	7,5
på 100 (0,149 mm)	15,0
på 200 (0,074 mm)	67,3
sikterest	10,2

De tørre partikler ble deretter avkjølt i tørris under en tørr atmosfære og blandet med kaffemalingsgassfrost, som hadde et fuktighetsinnhold mellom 10 og 15 vekt%, ved et vektforhold på 0,2 del frost pr. del partikkel. Blandingen ble overført til en på forhånd avkjølt beholder (krukke) som hadde en nålestikk-ventil, og krukken ble lagret ved -17,8°C natten over, i hvilket tidsrom CO₂ ble utviklet. De avkjølte partikler, som hadde et fuktighetsinnhold på under 6 vekt%, ble deretter forpakket i glasskrukker med ubelagte, agglomererte forstøvningstørkede kaffefaststoffer ved nivået 0,75 vekt% fuktighet, regnet på forstøvningstørkede faststoffer. De resulterende krukker ble så lagret ved 35°C i tidsrom på 8 uker. Etter en første åpning og under en standard bruks-syklus på 7 dager finner man en behagelig topprom-aroma som karakteriseres som minst like god som den topprom-aroma som finnes i krukker med sammenlignbart lagret aromatisert, agglomerert forstøvningstørket kaffe hvor kaffen var belagt med knusegassanrikt kaffeolje. Denne oljebelagte prøve ble fremstilt i overensstemmelse med US-patent nr. 4.119.736 under anvendelse av en mengde av knusegassfrost for hver vektenhet av løselig produkt sammenlignbar med den som anvendes i prøven i henhold til oppfinnelsen.

158121

10

Eksempel 2

100 ml av en kaffeekstrakt som inneholdt 50 vekt% løselig faststoff, ble forstøvet ved hjelp av en kromatografisk glassdyse inn i et stort begerglass som inneholdt 3,8 l ren etanol. Etanolen hadde romtemperatur og ble omrørt under forstøvningsoperasjonen. Deretter ble partikler av løselig kaffe filtrert fra etanolen, og disse partikler ble anbragt i et vakuumbørkeskap (63,5 cm Hg vakuum og ca. 90°C) natten over for fjerning av restetanol. De resulterende partikler viste seg å ha en mikroporøs struktur hvor den mest sannsynlige poreradius var 33 Å. Partiklene ble holdt ute av kontakt med fuktighet og ble bragt i kontakt med knusegassfrost ved et nivå, i vekt, på 2 deler frost til 1 del partikler i en Parr-bombe oppvarmet til ca. 20°C. De resulterende aromatiske partikler ble kombinert og forpakket med ubelagt og uaromatisert forstøvningstørket kaffeagglomerat ved et nivå på ca. 0,5 vekt%. Aromaen som denne prøve hadde i beholderen etter 1 ukes lagring ved romtemperatur, viste seg å være sammenlignbar med uke-gammelt, malegassanrikt, oljebelagt agglomerat.

Eksempel 3

Agglomerert forstøvningstørket kaffe ble malt, og de partikler som passerte gjennom en 50 maskers (US-standard = 0,297 mm) sikt ble separert, og 150 gram av disse partikler ble tilsatt til 2000 ml av 100% etanol. Denne blanding ble kokt i 24 timer i et med dampkappe forsynt kar utstyrt med en overhead-tilbakeløpskjøler og rørestav. Deretter ble kaffepartiklene filtrert fra etanolen og tørket i vakuum i 24 timer ved 80°C og et vakuum på ca. 630 mm Hg. De tørre partikler veide i alt ca. 90 gram (ca. 60 g kaffefaststoff var oppløst av etanolen) og hadde en porestruktur hvor den mest sannsynlige poreradius var ca. 102 Å. To vektdele av disse partikler ble bragt i kontakt med en del malegassfrost på den måte som er angitt i eksempel 1, og de resulterende aromatiserte partikler ble forpakket med agglomerert forstøvningstørket kaffe ved et nivå på ca. 0,5 vekt%. Aromaen i beholderen som denne prøve hadde etter

1 ukes lagring ved romtemperatur, viste seg å være sammenlignbar med et uke-gammelt knusegassanrikt, oljebelagt agglomerat.

Som tidligere anført, er aroma i beholderen blitt tilveiebragt til kommersielle, løselige kaffeprodukter ved hjelp av oljebelegning av et aroma-bærende glycerid (f.eks. kaffeolje) på løselig pulver. Det er også inkludert å absorbere kaffe-aromater på oljebelagt løselig kaffe, og denne teknikk er uttrykkelig beskrevet i US-patentskrift nr. 3.823.241. Det har imidlertid tidligere ikke vært ansett mulig å absorbere eller adsorbere høye nivåer av aromater direkte på løselig kaffefaststoff slik at aromatenes ville holdes tilbake. US-patent nr. 3.823.241 bemerker det kritiske ved oljen slik at forbrukeren etter å ha åpnet pakningen med løselig kaffe flere ganger (d.v.s i-bruk-syklus) vil fortsette å kjenne aroma i beholderen. Dette er faktisk situasjonen for de konvensjonelle forstøvnings-tørkede, skumtørkede og frysetørkede produkter som omhandles i det sistnevnte patentskrift. Imidlertid eksisterer ikke den samme mangel hos porøse løselige kaffepartikler som har en mest sannsynlig poreradius på under 150 Å. Som tidligere anført, har konvensjonell forstøvningstørket kaffe ikke mikroporøs struktur. I konvensjonell frysetørket kaffe er derimot den mest sannsynlige poreradius av størrelsesorden 10.000 Å.

Som det vil sees av følgende tabell, hvor den grad som aromaen frigjøres fra aromatiserte partikler av løselig kaffe i, i henhold til eksemplene 1 til 3, sammenlignes med aromatiserte partikler av forstøvningstørket kaffe som er redusert til en sammenlignbar partikkelstørrelse ved maling med tørris. Aroma-frigjørings-karakteristikkene til de forskjellige aromatiserte løselige kaffesubstrater kan forutsies ved å observere mengden av organisk karbon (mikrogram) som ble spylt fra substratet som funksjon av spyletid. Karbonverdiene ble oppnådd ved spyling av en kjent vekt av kaffe (0,5 g) med en nitrogenstrøm (30 cm³/min) ved 30°C i 2000 sekunder. Det flyktige materiale som ble fjernet, ble registrert hver 200 sekunder. Tabellen viser graden (uttrykt som % av totalen) av aromafrigjøring (kumulativ) som funksjon av spyletid, og den aroma som frigjøres i løpet av 2000 sekunder, settes lik 100%.

158121

12

TABELL 1

Spyletid (sekunder) % aroma frigjort (µg karbon/g kaffe) i henholdsvis spyletid x 100 (µg karbon/g kaffe) i 2000 sekunder

	<u>Eks. 1</u>	<u>Eks. 2</u>	<u>Eks. 3</u>	<u>Kontr.</u>
200	51	36	55	69
400	74	56	74	87
600	82	67	82	94
800	88	76	87	96
1000	92	82	91	97
1200	94	87	93	98
1400	97	91	96	98
1600	98	94	97	99
1800	99	97	98	99
2000	100	100	100	100

Som det kan sees av tabell 1, gir det forstøvningstørkede kontrollmateriale, som ikke har mikroporøs struktur, fra seg aroma hurtigst og ville deretter ikke være så egnet for tilveiebringelse av aroma i beholderen i bruk.

Eksempel 4

En serie av porøse partikler ble laget i henhold til følgende metoder: 1) Forstøvningstørket, agglomerert kaffepulver ble rekonstituert til 33% løselig faststoff, og denne ekstrakt ble forstøvet inn i flytende nitrogen under anvendelse av en kromatografisk dyse av glass. De resulterende frosne partikler ble frysetørket ved 100 mm µg Hg og 25°C i 16 timer. Partikler i overkant av 50 masker (US standard sikt) ble siktet ut. 2) Samme som i 1, men pulveret var rekonstituert til 50% løselig faststoff. 3) Forstøvningstørket, agglomerert kaffepulver ble rekonstituert til 33% løselig faststoff og forstøvet inn i 100% etanol. De resulterende partikler ble oppsamlet og anbragt i en vakuomtørker ved 100°C og 63,5 cm Hg vakuum i 16 timer. 4) 300 g av det forstøvningstørkede agglomerat ble knust og kokt i 2000 ml av 100% etanol. De resulterende partikler ble tørket ved ca. 90°C og 63,5 cm Hg vakuum i 16 timer. En porsjon av hver av de fire prøver ble aromatisert ved kontakt med knusegassfrost ved et vektforhold på 0,4 del frost pr. del

substrat. Kontakt ble effektivert ved blanding av frosten og substratet sammen i et kar som var avkjølt med tørris. De aroma-bærende partikler ble anbragt i separate, avkjølte krukker som var utstyrt med ventil, og anbragt i en fryser ved $-17,8^{\circ}\text{C}$ natten over. Deretter ble 0,2 g av hver aromatiserte prøve anbragt i en 250 ml kolbe som var utstyrt med kork, og 1 cm^3 av den resulterende topprom-aroma som var inneholdt i kolbene, ble deretter vurdert under anvendelse av standard karbongass-kromatografiske teknikker. En porsjon av hver av de aromabærende partikler ble også utsatt for den tidligere identifiserte nitrogenspyletest (2000 sekunder ved 30°C) for å fastslå nivået av aromater som var inneholdt i disse. Denne nitrogenspyletest ble også utført på de uaromatiserte prøver. Resultatene fra disse vurderinger er angitt i tabell 2.

TABELL 2

Prøve nr.	Porøsitet (A)	Friggjort aroma (4 μg karbon/ g kaffe)	Topprom (GC-tellinger i millioner)
1	23-28	28,5	
1-aromatisert	"	1790	1,375
2	over 140	6,75	
2-aromatisert	"	458	,304
3	33	2,11	
3-aromatisert	"	2055	,847
4	100	3,06	
4-aromatisert	"	723	,448

Tabell 2 viser mengden av aroma som kan absorberes av de porøse partikler i henhold til oppfinnelsen, sammenlignet med mengden av aroma som er til stede i de uaromatiserte partikler, så vel som disse partiklers evne til å produsere en topprom-aroma som er sammenlignbar i mengde med topprom-aromaen som produseres av den malegass-anrikede kaffeolje produsert i overensstemmelse med foran nevnte US-patent nr. 4.119.736.

158121

14

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte for fremstilling av aromabelagte mikroporøse partikler av kaffe, k a r a k t e r i s e r t v e d å sprøyte en vandig løsning av kaffe inn i et vannfritt organisk løsningsmiddel som vil dehydratisere løsningen og danne mikroporøse partikler av løselige faststoffer som har en gjennomsnittlig partikkelstørrelse på mindre enn 200 μm i diameter, deretter skille partiklene fra det vannholdige løsningsmiddel og fjerne restløsningsmiddel og deretter lade de mikroporøse partikler med flyktige aromastoffer.
2. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, k a r a k t e r i - s e r t v e d at det som løsningsmiddel anvendes 100% etanol.
3. Fremgangsmåte som angitt i krav 1 eller 2, k a r a k - t e r i s e r t v e d at restløsningsmidlet fjernes ved vakuumentørring.
4. Fremgangsmåte som angitt i krav 1 eller 2, k a r a k - t e r i s e r t v e d at partiklene skilles fra løsningsmidlet ved filtrering.