



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107105721 A

(43)申请公布日 2017.08.29

(21)申请号 201580069402.X

(22)申请日 2015.12.21

(30)优先权数据

62/096,839 2014.12.24 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2017.06.19

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/EP2015/080719 2015.12.21

(87)PCT国际申请的公布数据

W02016/102426 EN 2016.06.30

(71)申请人 弗门尼舍有限公司

地址 瑞士日内瓦

(72)发明人 G·B·沃玛克

R·M·T·范斯利乌文

(74)专利代理机构 北京三幸商标专利事务所

(普通合伙) 11216

代理人 刘淼

(51)Int.Cl.

A23L 2/56(2006.01)

A23L 27/29(2016.01)

A23L 27/20(2016.01)

C07C 69/44(2006.01)

C07C 69/60(2006.01)

C07C 69/38(2006.01)

C07C 69/40(2006.01)

C07D 307/12(2006.01)

权利要求书2页 说明书10页 附图2页

(54)发明名称

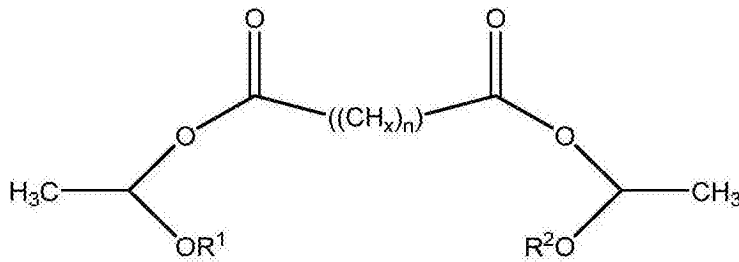
前体调味料递送颗粒

(57)摘要

本文提供含有包封的乙醛前体的调味料颗粒。本文还提供了制造和使用该颗粒的方法。

1. 一种玻璃颗粒或珠粒组合物,包含:

a) 从式I化合物和5-(2-(1-乙氧基乙氧基)丙-2-基)-2-甲基-2-乙烯基四氢呋喃构成的群组中选出的化合物:



(I)

其中R¹和R²独立地选自支链或直链C₁-C₄烷基和C₁-C₄烯基,n为1、2、3、4、5或6,x独立地为0、1或2,条件是当n为1时,x为2;和

b) 包含碳水化合物的载体,其中该载体的重量为颗粒总重量的至多约90%;和

c) 水。

2. 如权利要求1所述的组合物,其中R¹和R²独立地为直链或支链C₁-C₄烷基。

3. 如权利要求2所述的组合物,其中R¹和R²独立地从由甲基、乙基、丙基和丁基构成的群组中选出。

4. 如权利要求1~3中任一项所述的组合物,其中n为1且x为2。

5. 如权利要求1~3中任一项所述的组合物,其中n为2且x独立地为0、1或2。

6. 如权利要求1~3中任一项所述的组合物,其中n为3、4、5或6,x独立地为0、1或2。

7. 如权利要求1所述的组合物,其从由琥珀酸双(1-乙氧基乙基)酯、己二酸双(1-乙氧基乙基)酯、富马酸双(1-乙氧基乙基)酯、琥珀酸双(1-丙氧基乙基)酯、己二酸双(1-丙氧基乙基)酯、富马酸双(1-丙氧基乙基)酯、琥珀酸双(1-丁氧基乙基)酯、己二酸双(1-丁氧基乙基)酯和富马酸双(1-丁氧基乙基)酯构成的群组中选出。

8. 如权利要求1所述的组合物,其中该化合物是5-(2-(1-乙氧基乙氧基)丙-2-基)-2-甲基-2-乙烯基四氢呋喃。

9. 根据权利要求1~8中任一项所述的组合物,其中该组合物是尺寸大于或等于约100微米的小颗粒。

10. 如权利要求9所述的组合物,其中该小颗粒的尺寸在约100μm至约5mm(毫米)的范围内。

11. 根据权利要求1~10中任一项所述的组合物,其中该载体包含占载体总重量的0重量%至约100重量%的乳化剂。

12. 一种将乙醛释放到水溶液中的方法,包括将权利要求1~10中任一项所定义的组合物递送到水溶液中。

13. 权利要求1~10中任一项所定义的组合物的用途,用于赋予、增强、改善或改变已调味制品的风味或香气。

14. 一种制备玻璃组合物的方法,包括:

i) 在挤出机中共混权利要求1~10中任一项所定义的化合物:

- a. 由碳水化合物组成的载体；
- b. 润滑剂；
- c. 水；和可选地
- d. 乳化剂；
- ii) 将共混物加热至足以形成熔融物质的温度；
- iii) 挤出熔融物质；
- iv) 将熔融物质切割成小颗粒；以及
- v) 使小颗粒冷却以形成玻璃状颗粒。

前体调味料递送颗粒

技术领域

[0001] 本文提供了乙醛的前体(前体调味料)及其用于将乙醛递送到食品和饮料中以通常提供增加/增强的风味的用途。

背景技术

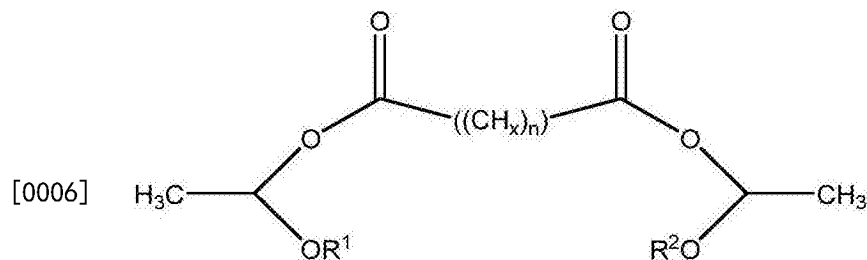
[0002] 乙醛是一种重要但难以包封的调味料成分。它用于各种各样的调味料,但在水果调味料中特别受赞赏,其中它赋予调味料以新鲜度和多汁性的重要方面。乙醛的挥发性也提供了香气的提升,该香气极大地有助于调味料的嗅觉冲击。因此,使用乙醛对于产生例如在饮料中需要这些效果的调味料是不可或缺的。然而,由于沸点为20~21℃,这是一种在处理过程中由于蒸发而难以使用的材料,由于对于人员的过度暴露和发生火灾的危险,这可能会导致不安全的情况。一旦掺入到液体调味料中,由于蒸发而导致的乙醛损失仍然是一个问题,这也使得处理这样的调味料变得困难。除了挥发性高,乙醛还是一种非常活泼的化学物质。它可以与调味料配方中的醇反应形成缩醛;它可以进行醛醇缩合反应;它易于氧化;并且可三聚形成三聚乙醛。除了通过这些化学反应失去乙醛之外,所形成的产物会改变调味料的特性,在最坏的情况下会引起不希望的异味。

[0003] 挤出方法已被用于封装调味料。期望获得直到乙醛释放到食品或饮料中都能保持稳定的乙醛前体的组合物。

发明内容

[0004] 本文提供了一种玻璃状颗粒或珠粒组合物,包含:

[0005] a) 从式I化合物和5-(2-(1-乙氧基乙氧基)丙-2-基)-2-甲基-2-乙烯基四氢呋喃构成的群组中选出的化合物:



(I)

[0007] 其中R1和R2独立地选自支链或直链C₁-C₆烷基和C₁-C₆烯基,n为1、2、3、4、5或6,x独立地为0、1或2,条件是当n为1时,x为2;

[0008] b) 包含碳水化合物的载体;其中该载体的重量为颗粒总重量的至多约90%;和

[0009] c) 水。

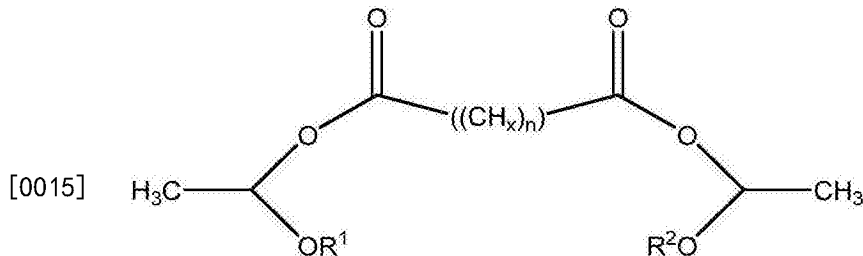
[0010] 本文还提供了将乙醛释放到水溶液中的方法,包括递送如上所述的玻璃状颗粒或珠粒,包括将如上所定义的组合物递送到水溶液中。

[0011] 在另一个实施方案中,本文提供了如上所定义的玻璃状颗粒或珠粒的用途,用于赋予、增强、改善或改变已调味制品的风味或香气。

[0012] 本文还提供了制备玻璃状组合物的方法,包括:

[0013] i) 在挤出机中混合

[0014] a) 从式I化合物和5-(2-(1-乙氧基乙氧基)丙-2-基)-2-甲基-2-乙烯基四氢呋喃构成的群组中选出的化合物:



(I)

[0016] 其中R1和R2独立地选自支链或直链C₁-C₆烷基和C₁-C₆烯基,n为1、2、3、4、5或6,x独立地为0、1或2,条件是当n为1时,x为2;

[0017] b) 由碳水化合物组成的载体;

[0018] c) 可选地,润滑剂;

[0019] d) 水;和可选地

[0020] e) 乳化剂;

[0021] ii) 将共混物加热至足以形成熔融物质的温度;

[0022] iii) 挤出熔融物质;

[0023] iv) 将熔融物质切割成小颗粒;以及

[0024] v) 使小颗粒冷却以形成玻璃状颗粒。

附图说明

[0025] 图1显示了通过双螺杆挤出制成的对照颗粒的反射光显微镜堆叠图像。

[0026] 图2显示了通过双螺杆挤出制成的包封的己二酸双(1-乙氧基乙基)酯前体调味料颗粒的反射光显微镜堆叠图像。

[0027] 图3显示了通过双螺杆挤出制成的包封的琥珀酸双(1-乙氧基乙基)酯前体调味料颗粒的反射光显微镜堆叠图像。

[0028] 图4显示了通过双螺杆挤出制成的包封的5-(2-(1-(乙氧基乙氧基)丙-2-基)-2-甲基-2-乙烯基四氢呋喃颗粒的反射光显微镜堆叠图像。

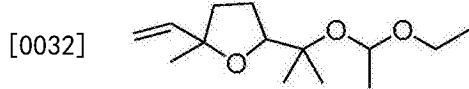
具体实施方式

[0029] 对于摘要、说明书和权利要求书,除非另有说明,所使用的“或”是指“和/或”。类似地,“包含(comprise)”、“包含(comprises)”、“包含(comprising)”、“包括(include)”、“包括(includes)”和“包括(including)”可以互换使用并且不旨在限制。

[0030] 还应理解的是,尽管各种实施方式的描述使用了术语“包含”,但本领域技术人员

应理解,在某些特定情形中,某实施方式可使用措辞“主要由……组成”或“由……组成”来替代描述。

[0031] 5-(2-(1-乙氧基乙氧基)丙-2-基)-2-甲基-2-乙烯基四氢呋喃由下式表示:



[0033] 本文提供的载体是包含碳水化合物和可选的高分子乳化剂的载体。在一个具体实施方案中,载体的用量以重量计为颗粒或珠粒总重量的约40%至约99%,特别是约70%至约90%,更特别是约80%至约90%。在另一个具体实施方案中,载体的量为颗粒或珠粒总重量的约85%。

[0034] 在一个具体实施方案中,本文提供的是包含碳水化合物或碳水化合物衍生物的载体,其可以通过挤出技术容易地加工以形成干燥挤出的固体。合适材料的具体例子包括从如下物质中选出的材料:蔗糖,葡萄糖,乳糖,麦芽糖,果糖,核糖,右旋糖,异麦芽酮糖醇,山梨糖醇,甘露糖醇,木糖醇,乳糖醇,麦芽糖醇,戊糖醇,阿拉伯糖,戊糖,木糖,半乳糖,海藻糖,氢化玉米糖浆,麦芽糖糊精,琼脂,角叉菜胶,树胶,聚右旋糖,淀粉及其衍生物及它们的混合物。其他合适的载体成分在参考文献中列举,例如H. Scherz, *Hydrokolloide: Stabilisatoren, Dickungs- und Geliermittel in Lebensmittel*, Band 2 der Schriftenreihe Lebensmittelchemie, **Lebensmittelqualität**, Behr's Verlag GmbH&Co, Hamburg, 1996。在本文提供的具体实施方案中包括具有不超过二十(≤ 20 DE)的葡萄糖当量的麦芽糖糊精。

[0035] 特别地,碳水化合物可以包含非乳化水溶性材料,例如但不限于麦芽糖糊精。在一个具体实施方案中,碳水化合物是葡萄糖当量(DE)为约1至约20的麦芽糖糊精。在一个具体实施方案中,麦芽糖糊精选自DE为大约10至大约18DE的麦芽糖糊精。在另一个实施方案中,碳水化合物包含DE为21至49的玉米糖浆。可以使用通过水解不同来源例如但不限于玉米、小麦、马铃薯或水稻的淀粉制成的任何碳水化合物。在另一个实施方案中,碳水化合物是氢化淀粉水解物(例如HSPolyols)、果糖寡糖(例如但不限于来自Orafit的Inulin)、可溶性纤维例如但不限于Nutriose (Roquette)和预胶化淀粉。

[0036] 在另一个实施方案中,载体包含占载体总重量约0重量%至约100重量%的乳化剂。在另一个实施方案中,乳化剂的用量为载体总重量的约5%至约100%。在一个实施方案中,乳化剂是高分子乳化剂。另一方面,载体包含高分子乳化剂,其包含诸如Capsul[®] (Ingredion)的材料。在另一个实施方案中,乳化剂是烯基琥珀酸酯化淀粉,更特别是辛烯基琥珀酸酯化淀粉(OSS)。一些具体的例子为(但不限于)N-Lok[®]、Purity Gum[®] (Ingredion)和EmCap[®] (Cargill)。在另一个实施方案中,乳化剂是阿拉伯树胶。

[0037] 在一个具体实施方案中,乳化剂的量以重量计可以是载体总重量的约5%至约60%,特别是约5%至约40%,甚至更特别是约10%至约40%,更特别是约10%。

[0038] 在另一个实施方案中,本文提供润滑剂。尽管不希望受任何理论束缚,但据信润滑剂减少出口模头处的熔融物质的剪切和膨胀。在一些实施方案中,润滑剂可以包含中链甘油三酯(MCT)。在另一个实施方案中,润滑剂包括胶束表面活性剂如卵磷脂或脂肪酸酯(例如柠檬酸、酒石酸、乙酸)、DATEM、CITREM或它们的混合物。在一个具体实施方案中,润滑剂

的量以重量计可以是颗粒总重量的至多约5%，特别是约0.2%至约5%，更特别是约0.8%至约2%，甚至更特别是约1%。

[0039] 在另一个实施方案中，在挤出方法中提供了缓冲剂以稳定本文提供的化合物(例如“前体调味料”)，以防止在处理颗粒期间乙醛被释放或将释放最小化。

[0040] 在一个具体实施方案中，在挤出过程之前或期间，将缓冲剂添加到或注入到载体混合物中。该缓冲剂优选为食品级缓冲剂，例如但不限于GRAS或食品添加剂原料。合适的缓冲剂的非限制性例子基于柠檬酸、乙酸和磷酸、乙酸钠、乙酸二钠、乙酸三钠、磷酸二氢钾、磷酸氢二钾、磷酸二氢钠、磷酸氢二钠、磷酸三钠。

[0041] 在一个实施方案中，缓冲剂以这样的方式保持混合物的pH，使得在加工期间乙醛从前体化合物的释放最小化。

[0042] 在一个实施方案中，缓冲剂以将挤出混合物和颗粒的pH有效维持在4至约9，特别是5至约8的量包含在组合物中。在一个具体实施方案中，pH为约6至约7，更特别是约7。

[0043] 在一个具体实施方案中，将碳水化合物和至少一种乳化剂混合，并将本文提供的化合物分散到混合物中。在一个实施方案中，向混合物中加入水，直到形成自由流动的粉末。理想地，加入水而不形成团块。如上所述的混合物的组分可以例如在碗中预混合，或者甚至逐步地在挤出机中混合。组分可以在添加到挤出机之前混合，或者可以逐步添加，或者注入，或作为构成颗粒的一种或多种组分的混合物。

[0044] 在一些实施方案中，水用作增塑剂。可以调节水的量以获得30~100℃，更特别为约40~50℃的玻璃化转变温度(T_g)。在另一个实施方案中，可以将水添加到制程中使玻璃化转变温度在所需范围内。在一个实施方案中，水的量以重量计为约0.1至10%，更特别为约0.1%至约6%。

[0045] 在一个实施方案中，将缓冲剂加入到制程中以控制混合物的pH。

[0046] 然后将混合的粉末挤出。在一个具体实施方案中，可以使用例如但不限于Thermo Prism 16mm双螺杆实验室挤出机或配备有切刀的Clextral BC-21，通过0.7mm模头孔以500g/h的生产量挤出粉末，以便在模具出口处对熔体进行造粒。在另一个实施方案中，熔体可以挤出成例如线料，并使其冷却然后切割或压碎。在一个具体实施方案中，螺杆被构造使得它们具有两个混合区。在另一个实施方案中，温度设定点曲线可以从挤出机的入口到模板的80℃-100-105-108℃。熔体的温度可以在入口附近约20℃至模具附近约80℃至约120℃的范围内。在一个具体实施方案中，混合物的温度为约108℃。

[0047] 在一个实施方案中，挤出机包含2至8个温度为20至约120℃的加热和冷却区域。

[0048] 挤出机还可以包括至少两个混合区域。

[0049] 在另一个实施方案中，模头出口处的温度范围为约90至约130℃，特别是约100℃。在一个具体实施方案中，压力保持在低于100巴。特别地，模头出口处的温度可以比预期T_g高约50℃。

[0050] 软化温度或玻璃化转变温度优选保持在高于40℃，以保证所产生的粉末在环境温度下的自由流动性质。可以向混合物中加入适量的水以确保载体的玻璃化转变温度远高于室温，优选高于40℃。本文提供的颗粒的玻璃化转变温度取决于添加到初始混合物中的水的量。当水的比例增加时，T_g降低。理想地，添加到混合物中的水的比例将很低，即所得混合物的玻璃化转变温度基本上等于最终的调味料或芳香剂递送体系即挤出产品所需的玻璃

化转变温度。在一个实施方案中,玻璃化转变温度 T_g 显著高于颗粒将被储存和随后使用的温度。理想地,该温度应至少高于室温,优选高于 40°C 。因此,使用水的比例可以在很宽的数值范围内变化,本领域技术人员能够根据基质中使用的组合物和最终产物所需的 T_g 对该数值进行改变和选择。例如,对于DE(葡萄糖当量)为18的碳水化合物玻璃,可以使用混合物中5至10%的水的比例。

[0051] 在一些实施方案中,本文提供的颗粒或珠粒的尺寸(直径)的大小范围为约0.1mm至约5mm,特别是约0.5mm至约2mm,更特别为约0.5mm至约1.4mm,更特别为0.5mm至1mm,甚至更特别为约0.6、0.7或1.4mm。

[0052] 在一个实施方案中,所得颗粒显示出致密的非膨胀形态。

[0053] 本文提供的化合物是乙醛的前体,它们作为“前体调味料”并且当暴露于水时通过水解释放乙醛。

[0054] 在一些实施方案中,颗粒包含大于或等于颗粒总重量的0.01重量%至约15重量%的包封化合物。在另一个具体实施方案中,本文提供的化合物的用量为颗粒总重量的约1%至15%,特别是1%至5%,更特别是约1%至2%。

[0055] 本文提供的化合物包含式I化合物,其中 R^1 和 R^2 独立地为直链或支链 C_1-C_4 。

[0056] 在一个实施方案中,本文提供了式I化合物,其中 R^1 和 R^2 独立地从由甲基、乙基、丙基和丁基构成的群组中选出。

[0057] 在另一个实施方案中,本文提供了式I化合物,其中 n 为1且 x 为2。

[0058] 在另一个实施方案中,本文提供了式I化合物,其中 n 为2且 x 独立地为0、1或2。

[0059] 在另一个实施方案中,本文提供了式I化合物,其中 n 为3、4、5或6, x 独立地为0、1或2。

[0060] 在另一个实施方案中,本文提供了式I化合物,其从由琥珀酸双(1-乙氧基乙基)酯、己二酸双(1-乙氧基乙基)酯、富马酸双(1-乙氧基乙基)酯、琥珀酸双(1-丙氧基乙基)酯、己二酸双(1-丙氧基乙基)酯、富马酸双(1-丙氧基乙基)酯、琥珀酸双(1-丁氧基乙基)酯、己二酸双(1-丁氧基乙基)酯和富马酸双(1-丁氧基乙基)酯构成的群组中选出。

[0061] 在一个具体实施方案中,本文提供了式I化合物,其从由琥珀酸双(1-乙氧基乙基)酯、己二酸双(1-乙氧基乙基)酯、富马酸双(1-乙氧基乙基)酯、琥珀酸双(1-丙氧基乙基)酯、己二酸双(1-丙氧基乙基)酯、富马酸双(1-丙氧基乙基)酯、琥珀酸双(1-丁氧基乙基)酯和己二酸双(1-丁氧基乙基)酯构成的群组中选出。

[0062] 在另一个实施方案中,本文提供了包含琥珀酸双(1-乙氧基乙基)酯的式I化合物。

[0063] 在另一个实施方案中,本文提供了包含琥珀酸双(1-丙氧基乙基)酯的式I化合物。

[0064] 在另一个实施方案中,本文提供了包含琥珀酸双(1-丁氧基乙基)酯的式I化合物。

[0065] 在另一个实施方案中,本文提供了包含己二酸双(1-乙氧基乙基)酯的式I化合物。

[0066] 在另一个实施方案中,本文提供了包含己二酸双(1-丙氧基乙基)酯的式I化合物。

[0067] 在另一个实施方案中,本文提供了包含己二酸双(1-丁氧基乙基)酯的式I化合物。

[0068] 在另一个实施方案中,本文提供了包含富马酸双(1-乙氧基乙基)酯的式I化合物。

[0069] 在另一个实施方案中,本文提供了包含富马酸双(1-丙氧基乙基)酯的式I化合物。

[0070] 在另一个实施方案中,本文提供了包含富马酸双(1-丁氧基乙基)酯的式I化合物。

[0071] 在另一个实施方案中,本文提供了5-(2-(1-乙氧基乙氧基)丙-2-基)-2-甲基-2-

乙烯基四氢呋喃。

[0072] 本文提供的化合物及其制备方法可以在与本申请同日提交的美国临时申请号62/096,830和62/096,835中找到。两件申请的内容通过引用而整体并入本文。

[0073] 本文提供的组合物还可另外包含调味料。在一个具体实施方案中,调味料的Log P >2, Mw <600道尔顿。

[0074] 本文提供的颗粒还可以包含额外的调味料。通过使用“调味料”一词,这里指的是调味成分,或调味成分、目前用于制备调味制剂的溶剂或佐剂的混合物,即旨在加入到可食用组合物或咀嚼产品中以赋予、改善或改变其感官特性,特别是其风味和/或味道的成分的特定混合物。调味成分是本领域技术人员熟知的,其性质不保证在这里详细描述,在任何情况下,它们都是无法穷尽的,熟练的调味师能够根据他的一般知识并根据预期的用途或应用以及希望实现的感官效果对其进行选择。许多这些调味成分列在参考文献中,例如S.Arctander的书籍Perfume and Flavor Chemicals,1969, Montclair, N.J., USA或其最新版本,或其他类似性质的作品,如Fenaroli's Handbook of Flavor Ingredients,1975, CRC Press或M.B.Jacobs的Synthetic Food Adjuncts,1947, van Nostrand Co., Inc.。当前用于制备调味制剂的溶剂和佐剂也是本领域熟知的。

[0075] 用语调味料不仅包括赋予或改变食物的气味的调味料,而且包括赋予味道或改变味道的成分。后者不一定具有自己的味道或气味,但能够改变其他成分所提供的味道,例如盐味增强成分、甜味增强成分、鲜味增强成分、苦味阻断成分等。

[0076] 在另一个实施方案中,合适的增甜组分可以包括在本文所述的颗粒中。在一个具体实施方案中,增甜组分选自糖(例如但不限于蔗糖)、甜叶菊组分(例如但不限于甜菊苷或莱鲍迪苷A)、环己氨基磺酸钠、阿斯巴甜、三氯蔗糖、糖精钠和乙酰磺胺酸K或它们的混合物。

[0077] 在一个实施方案中,本文提供的组合物和化合物为食物制品提供了“新鲜”、“多汁”和“水果”风味和/或香气。

[0078] 含有从式(I)化合物和5-(2-(1-乙氧基乙氧基)丙-2-基)-2-甲基-2-乙烯基四氢呋喃中选出的化合物的本文提供的颗粒可以掺入到已调味制品中,以主动地赋予或改变所述制品的新鲜度或水果风味或香气。因此,另一方面,本发明提供一种已调味制品,其包含:

[0079] i) 如上所述的包含从式(I)化合物和5-(2-(1-乙氧基乙氧基)丙-2-基)-2-甲基-2-乙烯基四氢呋喃中选出的化合物的颗粒,和

[0080] ii) 食品基料。

[0081] 为了清楚起见,必须提及的是,通过“食品”,我们在此指的是可食用的产品,例如食物或饮料。因此,根据本发明的已调味制品包含一种或多种根据式(I)的化合物或5-(2-(1-乙氧基乙氧基)丙-2-基)-2-甲基-2-乙烯基四氢呋喃,以及可选的对应于期望的可食用产品的风味或香气以及风味或香气轮廓的有益剂。本文提供的组合物和方法可用于食物或饮料产品中。当食物产品是颗粒状或粉末状的食品时,干燥粉末可通过干式混合容易地加入到其中。典型的食物产品选自速溶汤或酱汁,早餐谷物,奶粉,婴儿食品,粉状饮料,粉状巧克力饮料,敷料,粉状谷物饮料,口香糖,泡腾片,谷物棒和巧克力棒。粉状食品或饮料可在用水、牛奶和/或果汁或其他含水液体重新复原产品后被服用。

[0082] 合适的食品基料,例如食物或饮料,包括需要新鲜或水果味调的乳制品和糖果产

品。

[0083] 本文提供的另一个实施方案是流体乳制品,包括但不限于非冷冻、部分冷冻和冷冻的流体乳制品,例如奶、冰淇淋、冰糕和酸奶。

[0084] 饮料产品包括但不限于碳酸软饮料,包括可乐、柠檬-酸橙、根啤酒、烈性柑橘(“清凉型”)、水果味和奶油苏打水;粉状软饮料,以及液体浓缩物诸如汽水用糖浆和果味浓缩汁(cordials);咖啡和咖啡基饮料,咖啡代用品和谷类饮料;茶,包括干混产品以及即饮茶(草药和茶叶基);水果和蔬菜汁和果汁调味饮料以及果汁饮料、蜜汁饮料(nectars)、浓缩物、潘趣酒和各种果饮(“ades”);碳酸型和不起泡的甜味和调味的水;运动/能量/健康饮料;酒精饮料加上无酒精和其他低酒精产品,包括啤酒和麦芽饮料、苹果酒和葡萄酒(不起泡型、发泡型、加烈葡萄酒和葡萄酒类果汁饮料(wine cooler));热加工的(浸泡、巴氏杀菌、超高温、通电加热或商业无菌灭菌)和热灌装包装的其他饮料;和通过过滤或其他保鲜技术制成的冷灌装产品。食品或饮料的成分的性质和类型在这里不保证更详细的描述,技术人员能够根据他的一般知识和所述产品的性质来选择它们。

[0085] 在一个实施方案中,本文提供的化合物在玻璃颗粒或珠粒中的量为颗粒总重量的约0.01%至15%,特别是约1%至约15%,更特别为约1%至约5%,更特别地约1%至约2%。在一个实施方案中,本文提供的(以玻璃状颗粒形式递送的)化合物在已调味制品中的浓度以重量计基于已调味制品的总重量在约3ppm至约60ppm,特别是约3ppm至约30ppm,更特别约12ppm至约30ppm,甚至更特别为约12ppm至15ppm的范围内。

[0086] 在另一个实施方案中,本文提供的化合物在已调味制品中的量使得当暴露于水溶液中时,颗粒释放出本文提供的化合物,其进一步释放出乙醛,其中乙醛的释放量为制品总重量的约1ppm至约20ppm,更特别为约1ppm至约10ppm,更特别为4ppm至约10ppm,甚至更特别为约4ppm至约6ppm。

[0087] 以下实施例仅是说明性的,并不意味着限制权利要求、摘要或本文给出的任何发明的范围。

[0088] 实施例

[0089] 双螺杆挤出碳水化合物基质中的乙醛前体。

[0090] 通过双螺杆挤出来制造三种单独的制剂和对照样品。以重量%计的近似配方总结在表1中,并且下面对三个实施例中的每一个给出更详细的说明。

[0091] 表1:各种双螺杆挤出样品的组成概述

化合物	以重量%计的 实施例 1 配方	以重量%计的 实施例 2 配方	以重量%计的 实施例 3 配方	以重量%计的 对照配方
己二酸双(1-乙氧基乙基)酯	1.43%	-	-	-
琥珀酸双(1-乙氧基乙基)酯	-	1.40%	-	-
5-(2-(1-乙氧基乙氧基)丙-2-基)-2-甲基-2-乙烯基四氢呋喃	-		1.40%	-
橙油 CALIFORNIA ARR 968585 (Sunkist Growers)	4.30%	4.25%	4.21%	4.21%
[0092] 麦芽糖糊精 (Glucidex IT 19, Roquette Corporation, Lestrem, France)	86.69%	86.54%	86.02%	87.51%
去离子水	5.48%	5.49%	5.46%	5.46%
红色甘蓝粉末 (Sensient)	0.05%	0.05%	0.05%	0.05%
无水磷酸二氢钠 (Haifa chemicals)	0.06%	0.06%	0.06%	0.06%
磷酸氢二钠 (Haifa chemicals)	0.1%	0.09%	0.09%	0.09%
卵磷脂(Cargill)	0.95%	1.06%	1.35%	1.31%
Neobee M5 (Oleon)	0.95%	1.06%	1.35%	1.31%

[0093] 对样品

[0094] 对样品的外观(图1)显示了由双螺杆挤出制成的典型颗粒,其具有未膨胀的外观,因为它仅含有橙油作为主要挥发性成分和0.00%的乙醛;在DNPH(2,4-二硝基苯肼)衍生化后通过HPLC用UV/VIS检测测定。

[0095] 在挤出该样品期间,注意到少量膨化/膨胀,其为极微量的。

[0096] 实施例1

[0097] 使用BC-21同向旋转双螺杆挤出机(Clextral, Firminy France, L/D=32)将调味料前体包封成固体颗粒形式。粉末进料由麦芽糖糊精18DE和红甘蓝粉末(0.05wt%)组成。甘蓝粉末只是作为视觉pH指示剂。粉末通过设定值为9.2kg/hr的失重粉末进料器进料到挤出机中。以201g/hr的速率注入乳化剂(大豆卵磷脂/Neobee M5)。挤出机桶上的温度设定值范围为20~100℃。

[0098] 将己二酸双(1-乙氧基乙基)酯与橙油(25/75重量%)混合。以10.6kg/h的总流速以608克/小时的流速注入该混合物。通过混合43.5g无水磷酸二氢钠和69.5g磷酸氢二钠并溶解在4000.8g去离子水中来制备缓冲剂。使用pH指示剂条验证了缓冲剂的pH=7。该缓冲液以598克/小时注入。调味料前体注入位置定位在入口和模头之间的轴向距离的大约80%

处。因此,调味料前体在挤出机内的时间/距离相对较短。

[0099] 将碳水化合物熔体通过具有1mm直径孔的模板挤出。在建立稳态挤出条件后,通过旋转切刃/切刀来切割颗粒,并将颗粒筛分在710~1400 μm 。在注入调味料前体时,观察到非常少量的鼓泡/膨化。这表明加工过程中有一定程度的前体调味料转化为乙醛,但这种膨胀是极微量的。所得颗粒显示出致密的非膨胀产物,如图2所示。

[0100] 这些固体颗粒的重要物理特性是玻璃化转变温度。众所周知,玻璃化转变温度超过环境温度的玻璃状碳水化合物颗粒通常是自由流动的,并且保护活性比橡胶状的颗粒更好(玻璃化转变温度低于环境温度)。

[0101] 颗粒的玻璃化转变温度为43.0 $^{\circ}\text{C}$,水分含量为8.8%(湿基)。

[0102] 为了分析前体调味料和乙醛的保留性,通过酸来转化颗粒中的前体调味料,并在DNPH(2,4-二硝基苯肼)衍生化后通过HPLC通过UV/VIS检测来分析总乙醛含量。发现乙醛含量基于总湿度为0.42%。己二酸双(1-乙氧基乙基)酯的理论收率最高为30.3质量%;这意味着如果完全转化,1克前体调味料可以释放出0.303克乙醛。因此,实际的乙醛保留率(前体调味料+乙醛)很高;97%。这意味着基本上所有的乙醛都作为前体调味料或乙醛来保存。以品尝溶液(7%糖+0.07%柠檬酸(泉水中)和0.0267%包封的前体调味料)的形式品尝样品,并与对照进行比较。多个小组成员将来自样品1的包含包封的前体调味料的溶液评价为“多汁”,并且与对照相比具有更全面、更优选的特性。该观察结果与通过HPLC分析的良好总乙醛潜能一致。

[0103] 实施例2

[0104] 使用BC-21同向旋转双螺杆挤出机(Clextral, Firminy France, L/D=32)将调味料前体包封成固体颗粒形式。粉末进料由麦芽糖糊精18DE和红甘蓝粉末(0.05wt%)组成。甘蓝粉末只是作为视觉pH指示剂。粉末通过设定值为9.2kg/hr的失重粉末进料器进料到挤出机中。以225g/hr的速率注入乳化剂(大豆卵磷脂/中链甘油三酯混合物)。挤出机桶上的温度设定值范围为20~100 $^{\circ}\text{C}$ 。

[0105] 将琥珀酸双(1-乙氧基乙基)酯与橙油(25/75重量%)混合。以10.6kg/h的总流速以600克/小时的流速注入该混合物。

[0106] 通过混合45.8g无水磷酸二氢钠和72.9g磷酸氢二钠并溶解在4,220.8g去离子水中来制备缓冲剂。使用pH指示剂条验证了缓冲剂的pH=7。该缓冲液以600克/小时注入。调味料前体注入位置定位在入口和模头之间的轴向距离的大约80%处。因此,调味料前体位于挤出机内的时间/距离相对较短。

[0107] 将碳水化合物熔体通过具有1mm直径孔的模板挤出。在建立稳态挤出条件后,通过旋转切刃/切刀来切割颗粒,并将颗粒筛分在710~1400 μm 。在注入调味料前体时,观察到非常少量的鼓泡/膨化。这表明加工过程中有一定程度的前体调味料转化为乙醛,但这种膨胀是极微量的。所得颗粒显示出致密的非膨胀产物,如图3所示。

[0108] 颗粒的玻璃化转变温度为42.5 $^{\circ}\text{C}$,水分含量为8.1%(湿基)。

[0109] 为了分析前体调味料和乙醛的保留性,通过酸来转化颗粒中的前体调味料,并在DNPH(2,4-二硝基苯肼)衍生化后通过HPLC通过UV/VIS检测来分析总乙醛含量。发现乙醛含量基于总湿度为0.48%。琥珀酸双(1-乙氧基乙基)酯的理论收率最高为33.5质量%;这意味着如果完全转化,1克前体调味料可以释放出0.335克乙醛。因此,实际的乙醛保留率(前

体调味料+乙醛)很高;103%。这意味着基本上所有的乙醛都作为前体调味料或乙醛来保存。

[0110] 以品尝溶液(7%糖+0.07%柠檬酸(泉水中)和0.0267%包封的前体调味料)的形式品尝样品,并与对照进行比较。多个小组成员将含有包封的前体调味料的溶液评价为“新鲜”、“多汁”和“果香”。该样品优于对照。

[0111] 实施例3

[0112] 使用BC-21同向旋转双螺杆挤出机(Clextral, Firminy France, L/D=32)将调味料前体包封成固体颗粒形式。粉末进料由麦芽糖糊精18DE和红甘蓝粉末(0.05wt%)组成。甘蓝粉末只是作为视觉pH指示剂。粉末通过设定值为9.2kg/hr的失重粉末进料器进料到挤出机中。以289g/hr的速率注入乳化剂(大豆卵磷脂/中链甘油三酯混合物)。挤出机桶上的温度设定值范围为20~100℃。将5-(2-(1-乙氧基乙氧基)丙-2-基)-2-甲基-2-乙烷基四氢呋喃与橙油(25/75重量%)混合。以10.7kg/h的总流速以600克/小时的流速注入该混合物。

[0113] 通过混合45.8g无水磷酸二氢钠和72.9g磷酸氢二钠并溶解在4,220.8g去离子水中来制备缓冲剂。使用指示条验证了缓冲剂的pH=7。该缓冲液以600克/小时注入。

[0114] 调味料前体注入位置定位在入口和模头之间的轴向距离的大约80%处。因此,调味料前体在挤出机内的时间/距离相对较短。

[0115] 将碳水化合物熔体通过具有1mm直径孔的模板挤出。在建立稳态挤出条件后,通过旋转切刃/切刀来切割颗粒,并将颗粒筛分在710~1400μm。在注入调味料前体时,观察到非常少量的鼓泡/膨化。这表明加工过程中有一定程度的前体调味料转化为乙醛,但这种膨胀是极微量的。所得颗粒显示出致密的非膨胀产物,如图4所示。

[0116] 颗粒的玻璃化转变温度为47.7℃,水分含量为8.1%(湿基)。为了分析前体调味料和乙醛的保留性,通过酸来转化颗粒中的前体调味料,并在DNPH(2,4-二硝基苯肼)衍生化后通过HPLC通过UV/VIS检测来分析总乙醛含量。发现乙醛含量基于总湿度为0.28%。5-(2-(1-乙氧基乙氧基)丙-2-基)-2-甲基-2-乙烷基四氢呋喃的理论收率最高为18.1质量%;这意味着如果完全转化,1克前体调味料可以释放出0.181克乙醛。因此,实际的乙醛保留率(前体调味料+乙醛)很高;110%。超过100%的值可通过分析误差和成分流速的变化来解释,从而偏离了表1中列出的理论配方。这种高保留率意味着基本上所有的乙醛作为前体调味料或乙醛来保存。

[0117] 以品尝溶液(7%糖+0.07%柠檬酸(泉水中)和0.0267%包封的前体调味料)的形式品尝样品,并与对照进行比较。多个小组成员将包含包封的前体调味料的溶液评价为“新鲜”、“多汁”和“果香”。该样品优于对照。

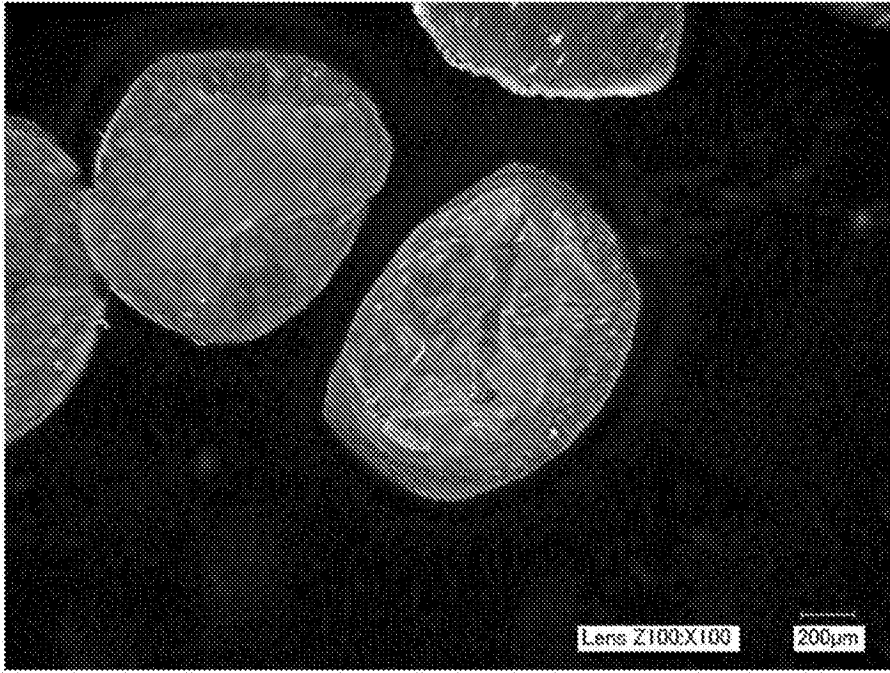


图1

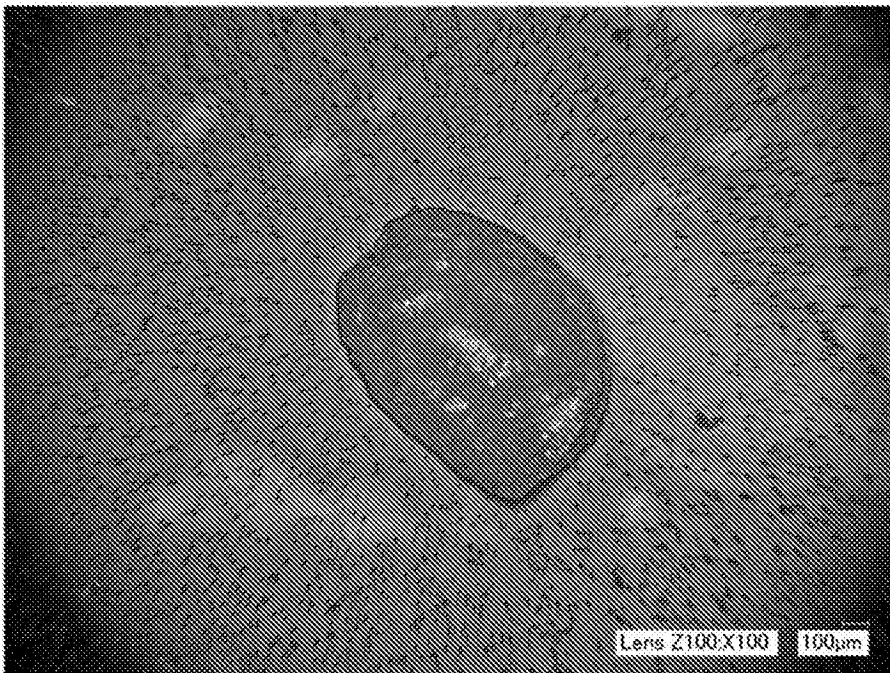


图2

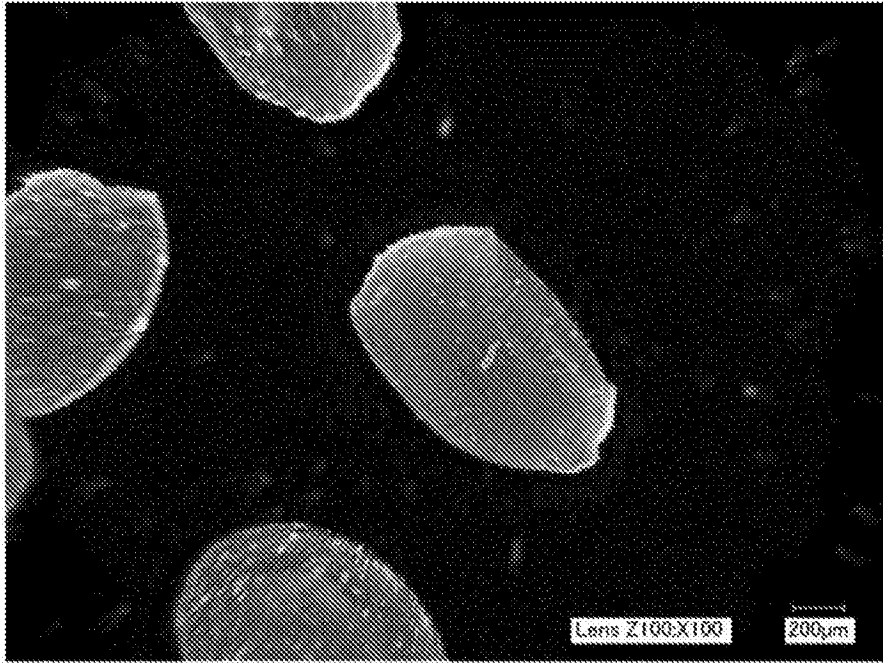


图3

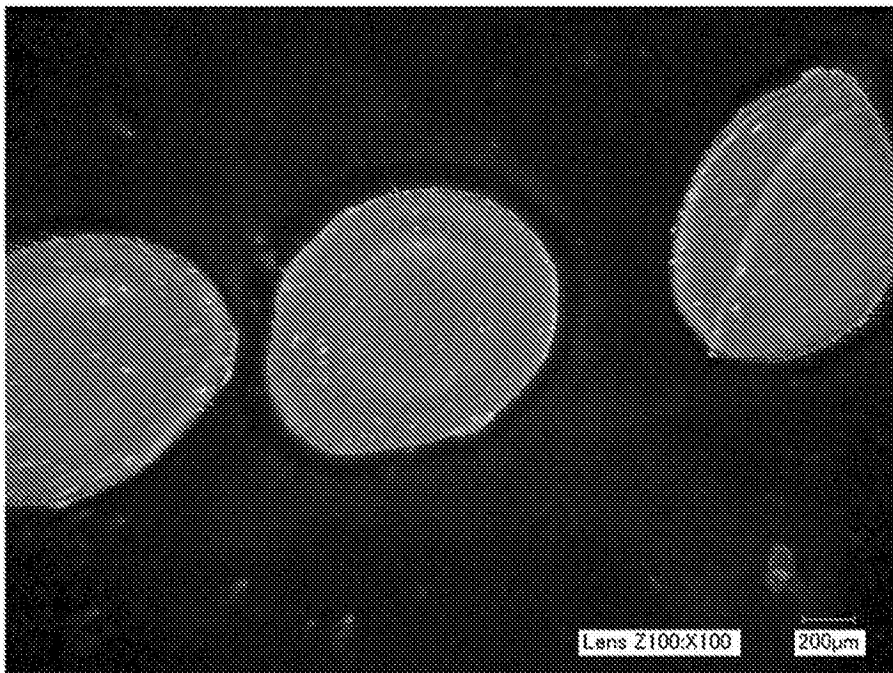


图4