



NORGE

(12) **PATENT**

(19) NO

(11) **302011**

(13) B1

(51) Int Cl⁶ A 23 F 3/18

Patentstyret

(21) Søknadsnr	912138	(86) Int. inng. dag og	
(22) Inng. dag	04.06.91	søknadsnummer	
(24) Løpedag	04.06.91	(85) Videreføringsdag	
(41) Alm. tilgj.	09.12.91	(30) Prioritet	07.06.90, US, 534978
(45) Meddelt dato	12.01.98		

(73) Patenthaver	Société des Produits Nestlé SA, Case postale 353, CH-1800 Vevey, CH
(72) Oppfinner	Eldon Chen-Hsiung Lee, New Milford, CT, US
(74) Fullmektig	Kari O. Hanssen, Bryns Patentkontor AS, 0106 Oslo

(54) Benevnelse **Fremgangsmåte for fremstilling av vannoppløselige teekstrakter fra brukte terester**

(56) Anførte publikasjoner EP A1 135222, GB 1459529, JP 7117958, JP 5747465, US 4483876, SU 683709
C.A. 101: 129177w, 1984
C.A. 70: 10516g, 1968
C.A. 69: 85539e, 1968

(57) Sammendrag

Det er beskrevet en fremgangsmåte for fremstilling av vannoppløselige teekstrakter fra brukte terester dannet under den varme, vandige ekstraksjonen av teblader ved fremstillingen av vannoppløselige teekstrakter, som innbefatter hydrolysering av de brukte terestene med cellulase i et vandig medium.

Foreliggende oppfinnelse vedrører fremstillingen av teprodukter, og nærmere bestemt vannoppløselige teekstrakter fremstilt ved syrehydrolyse av de brukte terestene dannet under den varme, vandige ekstraksjonen av teblader ved fremstillingen av vannoppløselige teekstrakter.

Produkter av te har i økende grad blitt markedsført i form av vannoppløselige teekstrakter, vanligvis i form av tørre pulvere. Vesentlig forskningsaktivitet har vært rettet mot å forbedre kvaliteten av tedrikk, som har en smak og farge så nær som mulig opptil det som oppnås ved brygging av teblader. Et annet trekk ved fremstilling av oppløselig te er å øke utbyttet av oppløselige faste testoffer.

Fremgangsmåter for å oppnå teekstrakter fra teblader ved anvendelse av en serie motstrømstrinn eller en totrinns-ekstraksjon er velkjente. Temperaturer for vandig ekstraksjon varierer fra romtemperatur til forhøyede temperaturer på inntil 180°C med forhøyede trykk.

Imidlertid blir den dominerende gjenværende brukte teen, det vil si teekstraksjonsrestmateriale, idag kastet.

I US-A-4668525 er det beskrevet en fremgangsmåte for behandling av de brukte tebladene fra en teekstraksjonsprosess som innbefatter surgjøring av de brukte tebladene for å redusere pH til innenfor området 2,0 til 3,0, og underkaste de surgjorte brukte tebladene ytterligere ekstraksjon med vandig oppløsningsmiddel ved trykk på 653-791 kPa og temperaturer på 140°-170°C i minst 4 minutter, og separering av de gjenværende faste tebladstoffene fra det vandige oppløsningsmidlet for å danne et høytemperatur/høytrykks vandig ekstrakt. Imidlertid ble det resulterende ekstraktet funnet å ha en uakseptabel bitter smak med en sviskelignende bismak.

Fremgangsmåter har vært beskrevet for å behandle rå tebestanddeler ved hjelp av enzymer for å oppnå vannoppløselige teekstrakter. For eksempel beskriver japansk patent nr. 71017958 ekstraksjonen av te med en protopektinase og cellulase, japansk patent nr. 82047465 beskriver fremstillingen av cereal te som innbefatter oppvarming til 110°-220°C, impregnering med en vandig oppløsning av amylase, protease eller cellulase, varmetørking ved 50°-100°C og røsting ved 100°-170°C, og japansk patent nr. 84034849 beskriver fremstillingen av ferdigte ved ekstraksjon med en blanding av glutenholdig stivelse, alfa-amylase og minst ett enzym valgt fra beta-amylase, cellulase og protease. EUR-A-135222 beskriver en fremgangsmåte for behandling av sort te før ekstraksjon med en oppløsning av tannase og ett eller flere cellevegg-nedbrytende enzymer, så som cellulase.

Russisk patent nr. 683709 beskriver behandlingen av teavfall ved fermentering med en blanding av pektolytiske og cellulolytiske enzymer og deretter tilsetning av aminosyrer og sakkarose og ekstraksjon ved 70° til 90°C.

Det er funnet at ved hydrolysering av brukte tefaststoffer med cellulase kan det oppnås oppløselige tefaststoffer i gode utbytter med en ønskelig tesmak og ingen ubehagelig bismak, fortrinnsvis uten tilsats av fremmedmaterialer som ville føre til et produkt som ikke er 100 % te.

Følgelig tilveiebringer foreliggende oppfinnelse en fremgangsmåte for fremstilling av vannoppløselig teekstrakt fra brukte terester dannet under den varme, vandige ekstraksjonen av teblader ved fremstillingen av vannoppløselige teekstrakter, kjennetegnet ved at den innbefatter hydrolysering av de brukte terestene med cellulase i et vandig medium, ved en temperatur fra 30 til 65°C og en pH-verdi fra 3 til 7, og hvorved mengden av brukt terest i det vandige mediet er fra 5 % til 40 %, basert på vekten av vann, og mengden cellulase er fra 0,02 % til 2,0 %, basert på vekten av vann, og deretter

separering av uoppløselig rest fra ekstraktet, hvorved hydrolyseringstrinnet utelukker tilsatsen av andre enzymer enn cellulase, eventuelt blir de brukte terestene hydrolysert med cellulase hydrolysert videre med en protease, og eventuelt
5 blir de hydrolyserte brukte terestene blandet med konvensjonelt teekstrakt, naturessens eller "enhancer" og blir spraytørket til et fuktighetsinnhold under 5 %.

De vannoppløselige teekstraktene kan oppnås ved konvensjonelle fremgangsmåter ved den varme, vandige ekstraksjonen
10 av sorte eller grønne teblader, f.eks. ved å anvende en serie motstrømstrinn eller en totrinnsekstraksjon. Temperaturer for den vandige ekstraksjonen kan variere fra romtemperatur til opp til 180°C eller mer ved forhøyede trykk.

De brukte terestene benyttet for hydrolysen kan være våte eller dehydrerte og fortrinnsvis nedmalte, f.eks. til en
15 gjennomsnittlig partikkelstørrelse på fra 0,05 til 2,0 mm.

Hydrolysen av cellulase kan utføres ved å inkubere den brukte teresten i et vandig medium ved en temperatur og en pH egnet for cellulasehydrolyse. Temperaturen er 30°-65°C, og fortrinnsvis fra 40° til 55°C. pH er fra 3 til 7, og fortrinnsvis fra 4,0 til 6,0.
20

Varigheten av hydrolysen kan variere innen vide grenser, f.eks. opp til 1 uke, men hensiktsmessig utføres hydrolysen i løpet av et tidsrom på fra 2 til 48 timer, fortrinnsvis fra 4 til 36 timer og spesielt fra 8 til 30 timer.
25

Mengden av brukt terest i det vandige mediet er fra 5 % til 40 %, og fortrinnsvis fra 10 % til 25 vekt-%, basert på vekten av vannet. Mengden av cellulase er fra 0,02 % til 2,0 %, og fortrinnsvis fra 0,1 % til 0,2 vekt-%, basert på vekten
30 av vannet. Mengden cellulase er hensiktsmessig fra 0,1 % til 10 %, og fortrinnsvis fra 0,5 % til 1,5 vekt-%, basert på vekten av den brukte teresten.

Inkuberingsblandingen er fortrinnsvis godt omrørt, f.eks. ved kraftig omrøring.

5 Cellulaseenzymet kan oppnås fra en hvilken som helst kilde og en hensiktsmessig kilde er "Celluclast" (Novo Enzymes), som er et cellulasepreparat fremstilt ved neddykket fermentering av en valgt stamme av soppen Trichoderma reesei. Andre kilder for cellulase er "Amano Cellulase" avledet fra T.viride
10 (Amano International Enzyme Co.), "Genencor Cytolase 123" avledet fra T.reesei (Genencor Inc.) og "Biocon Biocellulase" (Bioson USA Inc.). Etter cellulasehydrolyse oppvarmes denne blandingen fortrinnsvis for å deaktivere enzymaktiviteten.

15 Eventuelt kan den cellulasebehandlede nedmalte, brukte teen hydrolyseres videre med en protease, f.eks. en bakteriell protease eller en sopp protease i et vandig medium. Proteasehydrolysen kan utføres i et tidsrom på opptil 48 timer, fortrinnsvis fra 12 til 36 timer. Temperaturen av protease-
20 hydrolysen kan være fra 30° til 65°C, og fortrinnsvis fra 45° til 55°C. pH for proteasehydrolysen kan være fra 4 til 8,5, avhengig av den anvendte proteasen. Mengden protease benyttet kan være fra 0,025 til 5 %, og fortrinnsvis fra 0,05 til 2 vekt-%, basert på vekten av den cellulasebehandlede brukte
25 teresten. Etter proteasehydrolyse oppvarmes blandingen fortrinnsvis for å deaktivere proteasen.

Den oppløselige hydrolyserte, brukte teresten kan deretter separeres fra den uoppløselige resten, hensiktsmessig ved
30 filtrering og, om ønsket, konsentreres. Den separerte, oppløselige, hydrolyserte brukte teresten kan deretter blandes med konvensjonelt teekstrakt, naturteessens eller "enhancer" og spraytørkes til et fuktighetsinnhold på under 5 %, fortrinnsvis under 4 vekt-%.

35

De følgende eksemplene illustrerer foreliggende oppfinnelse ytterligere.

Eksempel 1

Brukte terester dannet under den varme, vandige ekstraksjonen av sorte teblader ved fremstillingen av vannoppløselige teekstrakter ble dehydrert til et fuktighetsinnhold på 5,49 %, og deretter malt gjennom en nr. 16 mesh 1,18 mm sikt ved anvendelse av en Reitz-mølle. 240 g av de nedmalte terestene ble tilsatt til 1600 ml vann og inkubert i en reaktor med god omrøring ved 50°C og en pH på 5,23 med 2,4 g "Celluclast 1,5 L" (Novo Enzymes) ved en aktivitet på 1500 NCU/g. Prøver ble tatt etter 10 timers og 24 timers hydrolyse, og hver prøve ble oppvarmet til 95°C i 20 minutter for å inaktivere enzymaktiviteten, avkjølt, filtrert og vasket med deionisert vann. Den uoppløselige resten ble tørket i en vakuumovn ved 70°C over natten til en konstant vekt, filtratet ble fordampet over vannbad og tørket i vakuum ved 70°C over natten til konstant vekt, og utbyttene av oppløselig og uoppløselig materiale ble bestemt. HPLC-analyse av terest "Celluclast" hydrolysatet viser i tabell I nedenfor at hydrolyseproduktene er hovedsakelig glukose, cellobiose og høyere glukosepolymerer.

TABELL I

Sammensetning	% utbytte/terestfaststoffer	
	10 timers hydrolyse	24 timers hydrolyse
Glukose	3,8	4,6
Cellobiose	3,7	4,8
Høyere glukosepolymerer (ved differanse)	10,3	10,6
Totalt oppløselig materiale	17,8	20,0

Cellulosehydrolysatet av terest viste en svak tesmak og en samlet blandingsmak uten ubehagelig bismak.

Eksempel 2

Filtratet av 17,8 % utbytte dannet ved fremgangsmåten ifølge eksempel 1 etter 10 timers hydrolyse ble konsentrert til 40-45 % faste stoffer ved anvendelse av en rotasjonsfordamper ved 50°C. 12 deler av dette konsentratet ble blandet med 85 deler vandige teekstrakter med et faststoffinnhold på 40-45 % og 3 deler av 3-gangers teessens og spraytørket til et fuktighetsinnhold under 4 %.

0,20 % deler av dette spraytørkede produktet ble sammensatt med 7 deler sukker og 0,125 deler sitronsyre og brakt til 100 deler med vann. Denne sammensatte teprøven hadde god tesmak og ingen bismak.

Eksempler 3 og 4

150 g av de dehydrerte cellulase-forbehandlede, brukte terestene dannet ved fremgangsmåten ifølge eksempel 1 ble tilsatt til 1 liter vann og inkubert under god omrøring ved 50°C i 24 timer ved en pH vist i tabell II innstilt med IN natriumhydroksyd, med 1,5 g av den bakterielle proteasen eller sopp proteasen også vist i tabell II. Blandingen ble deretter oppvarmet til 95°C i 30 minutter for å inaktivere enzymet og filtrert for å bestemme de oppløselige og uoppløselige komponentene som er angitt i tabell II.

TABELL II

5	Protease	pH	Basert på cellulase forbehandlet terest	
			Uopløselige komponenter %	Oppløselige komponenter %
10	Bakteriell protease ("Miles HT- Proteolytic 200")	7,0	94,3	5,7
15	Sopp protease ("Miles Fungal Protease 60.000")	5,0	94,8	5,2
20				
25				
30				
35				

P a t e n t k r a v

1.

5 Fremgangsmåte for fremstilling av et vannoppløselige teekstrakt fra brukte terester dannet under den varme, vandige ekstraksjonen av teblader ved fremstillingen av vannoppløselige teekstrakter, k a r a k t e r i s e r t v e d at den innbefatter hydrolysering av de brukte terestene med cellulase i et vandig medium, ved en temperatur 10 fra 30 til 65°C og en pH-verdi fra 3 til 7, og hvorved mengden av brukt terest i det vandige mediet er fra 5 % til 40 %, basert på vekten av vann, og mengden cellulase er fra 0,02 % til 2,0 %, basert på vekten av vann, og deretter separering av uoppløselig rest fra ekstraktet, hvorved hydro- 15 lyseringstrinnet utelukker tilsatsen av andre enzymer enn cellulase, eventuelt blir de brukte terestene hydrolysert med cellulase hydrolysert videre med en protease, og eventuelt blir de hydrolyserte brukte terestene blandet med konvensjonelt teekstrakt, naturessens eller "enhancer" og blir 20 spraytørket til et fuktighetsinnhold under 5 %.

2.

25 Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at varigheten for hydrolysen er fra 2 til 48 timer.

3.

30 Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at mengden cellulase i det vandige mediet er fra 0,05 % til 1,0 vekt-%, basert på vekten av vannet.