



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 698 22 906 T2** 2005.03.03

(12)

## Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 0 856 355 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **698 22 906.1**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **98 101 258.6**

(96) Europäischer Anmeldetag: **26.01.1998**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **05.08.1998**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **07.04.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **03.03.2005**

(51) Int Cl.<sup>7</sup>: **B01J 13/02**  
**B01J 13/10**

(30) Unionspriorität:

**791953                      31.01.1997                      US**

(73) Patentinhaber:

**Givaudan S.A., Vernier-Genève, CH**

(74) Vertreter:

**Spott & Weinmiller, 80336 München**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**CH, DE, ES, FR, GB, IT, LI, NL**

(72) Erfinder:

**Soper, Jon C., Lebanon, Ohio 45036, US; Thomas,  
M. Teresa, Centerville, Ohio 45458, US**

(54) Bezeichnung: **Im Protein eingekapselte Oelpartikel**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

## Beschreibung

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft ein Einkapseln von Ölteilchen mit Protein durch komplexe Coacervation und insbesondere eine enzymatische Vernetzung der Proteineinkapselungshülle.

**[0002]** Coacervation ist das Verfahren, nach dem eine wässrige Lösung eines makromolekularen Kolloids in zwei flüssige Phasen getrennt wird. Eine flüssige Phase, die als Coacervat bezeichnet wird, besteht aus zahlreichen sehr kleinen Kolloid-reichen Tröpfchen, die aneinander gebunden sind. Die andere flüssige Phase, die als Gleichgewichtsflüssigkeit bezeichnet wird, ist eine wässrige Lösung des coacervierenden Mittels.

**[0003]** Wenn zwei oder mehr entgegengesetzt geladene makromolekulare Kolloide zur Bildung des Coacervats verwendet werden, wird das Verfahren als komplexe Coacervation bezeichnet. Kolloide, die eine positive Ladung tragen, umfassen Gelatine und Agar. Kolloide, die eine negative Ladung tragen, umfassen Carboxymethylcellulose und Gummi arabicum. In Abhängigkeit von dem isoelektrischen Punkt des jeweiligen Kolloids kann eine Verdünnung mit Wasser und/oder eine Einstellung des pH-Werts notwendig sein, dass die speziellen Kolloide entgegengesetzt geladen sind. Diese Reaktionen müssen bei einer Temperatur oberhalb der Gelier Temperatur für das jeweilige Kolloid erfolgen, ansonsten sind die Kolloide nicht in einer flüssigen Phase und eine Coacervation läuft nicht ab. Wenn die Coacervation in einer Umgebung abläuft, die Ölteilchen enthält, fungieren die Ölteilchen als Keimbildner und die Proteinkolloide lagern sich als hüllartige Struktur um jedes Ölteilchen ab.

**[0004]** Die Einkapselung von Ölteilchen im Verfahren einer komplexen Coacervation ist auf dem einschlägigen Fachgebiet gut bekannt. Die US 2 800 457 A offenbart ölhaltige mikroskopische Kapseln und ein Verfahren zur Herstellung derselben durch komplexe Coacervation. Die US 2 800 457 A lehrt ein Dispergieren eines Kolloids in Wasser, das Einführen eines Öls, das Bilden einer Emulsion, das Dispergieren eines zweiten Kolloids in Wasser und das Mischen mit der Emulsion sowie das Einstellen des pH-Werts und/oder das Verdünnen mit Wasser zur Bildung eines komplexen Coacervats, wobei alle Stufen bei einer Temperatur oberhalb eines Gelpunkts der Kolloide durchgeführt werden, worauf ein Kühlen durchgeführt wird, um die Bildung eines Gels zu bewirken, worauf sich die optionalen Stufen eines Härtens und Vernetzens mit Formaldehyd oder einem Äquivalent anschließen. In einer Ausführungsform werden Gummi arabicum und Gelatine zur Bildung eines hüllartigen Films aus Kolloidmaterial um einen Ölkern herum verwendet. Sobald das Coacervat gebildet wurde, wird das Gemisch 1 h bei nicht mehr als

25°C stehen gelassen. Nach dieser Zeit ist die Bildung der Kapseln vollständig. Die Kapseln können anschließend wie gewünscht verwendet werden oder sie können dem optionalen Härtungsschritt unterzogen werden. Die US 2 800 458 A offenbart in ähnlicher Weise ein Verfahren zur Herstellung von ölhaltigen Mikrokapseln. Die US 2 800 458 A offenbart die Verwendung einer Salzlösung zur Bildung des Coacervats, während die US 2 800 457 A entweder ein Verändern des pH-Werts oder ein Verdünnen mit Wasser zur Bildung des Coacervats offenbart.

**[0005]** Eine Vernetzung der Proteinhülle des komplexen Coacervats macht das mit Protein eingekapselte Öl thermostabil, da ein Vernetzungen aufweisendes Protein eine stabile Struktur ist. Die Verwendung von bekannten chemischen Vernetzungsmitteln, wie Formaldehyd oder Glutaraldehyd, zur irreversiblen Vernetzung der ölhaltigen Kapseln ist auf dem einschlägigen Fachgebiet offenbart. Weitere Vernetzungsmittel, wie Gerbsäure (Tannin) oder Kaliumaluminumsulfat (Alaun) sind in ähnlicher Weise bekannt. Die sowohl in der US 2 800 457 A als auch in der US 2 800 458 A offenbarte optionale Härtungsstufe besteht aus einem Einstellen einer Suspension des kapselförmigen Materials auf einen pH-Wert von 9 bis 11, einem Abkühlen auf 0°C bis 5°C und einem Zugabe von Formaldehyd.

**[0006]** Formaldehyd und Glutaraldehyd sind, auch wenn sie wirksame chemische Vernetzungsmittel sind, toxisch. Somit können Ölkapseln, die unter Verwendung derartiger Chemikalien vernetzt wurden, nicht für Öle verwendet werden, die auf einen Körper eines Säugetieres appliziert oder von diesem aufgenommen werden. Dies schränkt die Anwendungen für derartige Produkte stark ein.

**[0007]** Bestimmte natürlich vorkommende Enzyme sind auch gute Vernetzungsmittel. Derartige Enzyme wirken dahingehend, dass sie die Bildung von Bindungen zwischen bestimmten Aminosäureseitenketten in Proteinen katalysieren. Da die Enzyme natürlich vorkommen, können darüber hinaus eingekapselte Öle, die enzymatisch vernetzt sind, nicht an den einer Vernetzung mit Formaldehyd und Glutaraldehyd inherenten Problemen und können somit ohne Bedenken hinsichtlich einer Toxizität des Vernetzungsmittels aufgenommen oder appliziert werden. Da eine Vernetzung eine Enzym-katalysierte Reaktion ist, müssen jedoch die geeigneten Umweltbedingungen für eine optimale Enzymaktivität vorliegen.

**[0008]** Ein Enzym, das eine Proteinvernetzung katalysiert, ist Transglutaminase (Amin- $\gamma$ -glutamyltransferase, EC 2.3.2.13). Transglutaminase katalysiert eine Acyltransferreaktion zwischen  $\gamma$ -Carboxamidgruppen von Glutaminresten in einem Peptid und verschiedenen primären Aminen, häufig  $\epsilon$ -Aminogruppen von Peptid-gebundenen Lysinresten. Das

Ergebnis ist eine Bindung oder Vernetzung zwischen einem Glutaminrest in einem Proteinmolekül und einem Lysinrest in einem anderen Proteinmolekül. Für eine optimale Aktivität erfordert Transglutaminase ein zweiwertiges Metallion, üblicherweise Calcium oder Magnesium, als Cofaktor und einen pH-Wert von etwa 7.

**[0009]** Die japanische Patentveröffentlichung JP 5-292 899 A von Ajinomoto Inc. offenbart die Verwendung von Transglutaminase als Vernetzungsmittel bei der Herstellung von Mikrokapseln. Es wird jedoch nicht angenommen, dass die in dieser Patentveröffentlichung gelehrt Struktur ein komplexes Coacervat gemäß Definition durch den Fachmann auf dem einschlägigen Fachgebiet ist. Es ist eher eine Enzym-modifizierte Gelatineemulsion. Darüber hinaus lehrt die japanische Patentveröffentlichung JP 5-292 899 A das Vernetzen bei erhöhten Temperaturen. Molekül- und/oder Teilchenstrukturen, die bei erhöhten Temperaturen beibehalten werden, sind mehr flüssig und weniger stabil, was zu einer Vernetzung eines Moleküls oder von Teilchen undefinierter Struktur führt. Die Ajinomoto-Publikation „Ajinomoto Co.'s Transglutaminase (TG)“ offenbart optimale Vernetzungsbedingungen für Transglutaminase bei einem pH-Wert von 6 bis 7 und erhöhten Temperaturen von 50°C.

**[0010]** Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur enzymatischen Einkapselung von Ölteilchen mit Protein durch komplexe Coacervation. Gemäß diesem Verfahren wird zuerst ein komplexes Coacervat oberhalb der Geliertemperatur gebildet und ein Öl zugegeben und eine grobe Emulsion von Ölteilchen in Wasser gebildet. Es erfolgt ein Kühlen zum Abscheiden einer Kolloidhülle um die Ölteilchen herum und ein Enzym wird zu dem Wasser zugegeben, um die Kolloidhülle bei einer Temperatur von 5°C bis 10°C zur Bildung von durch Protein eingekapselten Ölteilchen enzymatisch zu vernetzen.

**[0011]** Das Verfahren erreicht ferner eine Reihe von Vorteilen gegenüber den Techniken des Standes der Technik. Das Verfahren liefert Mikrokapseln mit definierten Strukturen und Größen, die verschiedene Eigenschaften für unterschiedliche Endverwendungen aufweisen. Beispielsweise werden Geschmackstofföle, die sich in Proteineingekapselten Teilchen einer Größe im Bereich von 100 bis 300 µm befinden, nach Größe sortiert, um sowohl für eine signifikante Geschmackstoffexplosion beim Kauen zu sorgen, als auch um eine Verarbeitung in Nahrungsmittelanwendungen zu ermöglichen. Obwohl Teilchengrößen von mehr als 300 µm gebildet werden können, sind derartige größere Teilchen nicht geeignet für ein Sprühen, Extrudieren und andere mechanische Scherkräfte, die in zahlreichen Nahrungsmittelanwendungen erforderlich sind. Darüber hinaus sind mit Protein eingekapselte Geschmackstoffölteilchen thermostabil

und können einem Backen, Frittieren und einer Behandlung in der Mikrowelle widerstehen.

**[0012]** In einem bevorzugten Verfahren gemäß der vorliegenden Erfindung wird zuerst eine grobe Emulsion zwischen dem Öl und der Kolloiddispersion von zwei entgegengesetzt geladenen Kolloiden gebildet. Anschließend wird ein komplexes Coacervat mit einer Proteinhülle um diskrete Ölteilchen herum gebildet. Die diskreten Teilchen werden abgekühlt, um die umgebende Proteinhülle zu gelieren. Die diskreten Teilchen umgebende Proteinhülle wird anschließend bei niedrigen Temperaturen zur Bildung von Mikrokapseln des Öls enzymatisch vernetzt. Es wurde festgestellt, dass bei niedrigen Temperaturen von 20°C bis 27°C, insbesondere 5°C bis 10°C, eine enzymatische Vernetzung bei Proteinhüllen aus Fisch- und Rindergelatinen zur Bereitstellung der Mikrokapseln von Geschmackstoffölen erreicht werden kann. Des weiteren ist die Vernetzungsreaktion bei derartigen niedrigen Temperaturen nicht pH-abhängig. Somit kann ein breiter pH-Bereich von 2 bis 10 oder mehr verwendet werden, der die Zahl und die Typen von Enzymen, die verwendet werden können, verbreitert.

**[0013]** In einer bevorzugten Form der vorliegenden Erfindung wird Transglutaminase zum enzymatischen Vernetzen der Proteinhülle bei einem pH-Wert von etwa 7 über einen Temperaturbereich von 5°C bis 10°C hinweg verwendet. Verarbeitungszeiten und Verarbeitungsmengen der mikroeingekapselten Öle können für kommerzielle Zwecke gemäß den bevorzugten Betriebsmodi ökonomisch erreicht werden.

**[0014]** Die Ziele und weiteren Vorteile der vorliegenden Erfindung lassen sich anhand der folgenden Figuren, detaillierten Beschreibung und des Beispiels weiter verstehen.

**[0015]** Fig. 1 ist eine Mikrophotographie einer VoremulSION von Ölteilchen und Kolloiden mit 100facher Vergrößerung.

**[0016]** Fig. 2 ist eine Mikrophotographie eines durch wässrige Verdünnung gebildeten komplexen Coacervats mit 100facher Vergrößerung.

**[0017]** Fig. 3 ist eine Mikrophotographie von mit Protein eingekapselten Ölteilchen, die durch langsames Abkühlen eines komplexen Coacervats auf etwa 27°C gebildet wurden, mit 100facher Vergrößerung.

**[0018]** Fig. 4 ist eine Mikrophotographie von durch Protein enzymatisch eingekapselten Ölteilchen in einem Endzustand bei etwa 5°C mit 100facher Vergrößerung.

**[0019]** Wie Fig. 1 zeigt, wird ein Öl (10) mit einer Kolloiddispersion (12) aus mindestens einem positiv

geladenen Proteinkolloid und mindestens einem negativ geladenen Kolloid zur Bildung einer groben Emulsion gerührt. In einer bevorzugten Ausführungsform ist das positiv geladene Proteinkolloid entweder Gelatine oder Agar und das negativ geladene Kolloid ist entweder Carboxymethylcellulose, Natriumhexametaphosphat, Gummi arabicum oder eine Kombination hiervon. Wenn Gelatine verwendet wird, ist eine Menge von 10 Gew.-% bevorzugt. Eine grobe Emulsion von Teilchen mit einer Größe im Bereich von 100 µm bis 2.000 µm wird gebildet.

**[0020]** Wie **Fig. 2** zeigt, wird ein komplexes Coacervat (**14**) bei Umgebungstemperatur durch wässrige Verdünnung der Kolloid/Öl-Emulsion gebildet. In Abhängigkeit von dem isoelektrischen Punkt des Proteinkolloids kann ein Einstellen des pH-Werts der Kolloid/Öl-Emulsion verwendet werden, um das komplexe Coacervat zu bilden.

**[0021]** Das komplexe Coacervat (**14**) wird auf eine Temperatur des Gelpunkts der Kolloide oder darunter abgekühlt. Wie **Fig. 3** zeigt, wird ein Kühlen durch aufeinanderfolgendes Abkühlen zuerst auf eine Temperatur, die ausreicht, dass sich das Protein um jedes Ölteilchen (**10**) herum in einer fußballförmigen Proteinhülle (**16**) abscheidet, dann durch weiteres Kühlen zur Stabilisierung der Proteinhülle (**16**) durchgeführt. Als Alternative zum Kühlen kann das Protein denaturiert werden, um die Proteinhülle (**16**) zu stabilisieren. Obwohl eine Stabilisierung der Hülle auf verschiedene Weise erreicht werden kann, ist das Kühlen bevorzugt und es bildet sich eine ausgeprägte fußballförmige Proteinhülle (**16**) um das Öl (**10**) herum. Das Ausmaß des anfänglichen Kühlens hängt von dem Gelpunkt des speziellen Proteins in dem komplexen Coacervat ab. Beispielsweise beträgt der Gelpunkt von Fischgelatine etwa 20°C, während der Gelpunkt von Rindergelatine etwa 27°C beträgt. Somit wäre in Abhängigkeit von der Gelatinequelle ein anfängliches Kühlen ein Kühlen auf eine Temperatur zwischen 20°C und 27°C. Das anfängliche Kühlen wird mit einer Rate von etwa 1°C pro 5 min durchgeführt. Nach dem anfänglichen Kühlen, das eine fußballförmige Proteinhülle (**16**) um das komplexe Coacervat (**14**) herum abscheidet, werden die mit Protein eingekapselten Ölteilchen (**18**) weiter auf eine Temperatur in einem Bereich von 5°C bis 10°C gekühlt. Sie werden bei 5°C bis 10°C während einer ausreichenden Zeitdauer gehalten, um die Proteinhülle (**16**) zu stabilisieren.

**[0022]** Wie **Fig. 4** zeigt, wird die gekühlte fußballförmige Proteinhülle (**16**) enzymatisch bei 5°C bis 10°C vernetzt, um eine thermostabile Proteinhülle (**20**) zu bilden. Transglutaminase ist das bevorzugte Enzym. Sie kann aus natürlich vorkommenden Quellen erhalten werden, chemisch synthetisiert werden oder unter Verwendung rekombinanter DNA-Verfahren hergestellt werden. Transglutaminase wird zu dem kom-

plexen Coacervat in Lösung mit einem Träger, wie Dextrin, Natriumcaseinat oder Zucker, zugegeben. Die Menge an Transglutaminase beträgt 1 Gew.-% bis 10 Gew.-%. Die Trägermenge kann 99 Gew.-% bis 90 Gew.-% betragen. Ein zweiwertiges Metallion, vorzugsweise Calcium oder Magnesium, ist als Co-faktor auch vorhanden. Lediglich sehr minimale Mengen Calcium sind erforderlich, und derartige Mengen sind normalerweise in der natürlichen Gewebequelle für Transglutaminase vorhanden. Alternativ kann das Ion zugegeben werden, wenn dies für eine Beschleunigung der Vernetzungsreaktion erforderlich ist. Da Transglutaminase eine optimale Aktivität bei einem pH-Wert von 7 besitzt, wird das komplexe Coacervat für ein Vernetzen der Proteinhülle (**20**) auf einen pH-Wert von etwa 7 eingestellt.

**[0023]** In einer bevorzugten Ausführungsform (siehe **Fig. 1**) wird eine Dispersion (**12**) aus Gelatine und Carboxymethylcellulose (in einem Gewichtsverhältnis von 1 : 0,1) mit einem Öl (**10**) unter Rühren vereinigt. Die erhaltenen emulgierten Ölteilchen werden mit Wasser bei Umgebungstemperatur verdünnt, um ein komplexes Coacervat (**14**) einer Gelatinehülle um jedes Ölteilchen herum zu bilden (vgl. **Fig. 2**). Die Gelatine wird stabilisiert (geliert) und bildet eine fußballförmige Hülle (**16**) um das Öl (**10**) herum (vgl. **Fig. 3**), indem die Temperatur des komplexen Coacervats (**14**) mit einer Rate von etwa 1°C pro 5 min zuerst auf etwa 20°C bis etwa 27°C und anschließend rasch auf etwa 5°C bis 10°C verringert wird. Jedes mit Protein eingekapselte Ölteilchen (**18**) besitzt eine Größe von etwa 100 bis 300 µm. Die gelierte Gelatinehülle wird anschließend mit Transglutaminase bei einem pH-Wert von etwa 7 unter Bildung einer thermostabilen Kapseln (**20**) vernetzt (vgl. **Fig. 4**). Die Transglutaminase wird anschließend durch Einstellen der Kapsel (**20**) mit Citronensäure auf einen pH-Wert von etwa weniger als 3 deaktiviert. Die Gelatine und die Carboxymethylcellulose liegen in einem Verhältnis von 1 : 0,1 vor. Diese Deaktivierungsstufe erhöht die Stabilität der Kapseln (**20**) und beseitigt jegliche Gelbildung bei der Lagerung.

#### Beispiel 1

**[0024]** Entionisiertes Wasser, das auf 50°C vorerwärmt ist, wird für alle Gummi/Gelatine-Lösungen verwendet. Carboxymethylcellulosenatriumsalz (1,8631 g) und Gummi arabicum RCC Pulver (0,1863 g) werden zu Wasser (91,1038 g) unter heftigem Rühren bis zur vollständigen Auflösung zugegeben. Die Dispersion wird auf 35°C bis 40°C gekühlt. Gelatine 250 Bloom Typ A (18,6306 g) wird mit entionisiertem Wasser (167,6758 g) unter Rühren bis zum vollständigen Auflösen vermischt. Anschließend wird die Dispersion auf 35°C bis 40°C gekühlt. Ohne Rühren wird die Gummidispersion in den Voremulsionsbehälter eingetragen und der Schaum wird 15 bis 20 min sich zerstreuen gelassen. Ein Entschäumer kann,

wenn nötig, verwendet werden.

**[0025]** Eine Lösung von 50% (g/g) Natriumhydroxid oder 50% (g/g) Citronensäure wird zu entionisiertem Wasser (558,9196 g) in den Einkapselungsbehälter zugegeben und das Ganze auf 35° bis 40°C erwärmt. Das Rühren wird wieder in dem Voremulsionsbehälter gestartet. Das gewünschte Geschmackstofföl (149,0451 g) wird langsam zu der vereinigten Gelatine/Gummi-Lösung in den Voremulsionsbehälter zugegeben und ein Mischen durchgeführt, bis die Öltröpfchen die gewünschte Größe besitzen. Der pH-Wert wird auf einen pH-Wert von 5,0 bis 5,6 eingestellt. Das Voremulsionsgemisch wird zu dem Verdünnungswasser in den Einkapselungsbehälter überführt und anschließend auf 25°C mit einer Rate von 1°C pro 5 min langsam abgekühlt. Die Charge wird anschließend rasch von 25°C auf 10°C abgekühlt und mit Natriumhydroxid auf einen pH-Wert von 7 eingestellt.

**[0026]** Transglutaminase (10% aktiv in Dextrin) (0,23288 g) wird langsam zu der Charge zugegeben. Die Charge wird 16 h bei 10°C verrührt. Das Rühren wird anschließend gestoppt und die Kapseln werden durch Aufschwimmen trennen gelassen. Etwa 48 bis 50% des Wassers wird aus dem Boden des Gefäßes abgelassen, anschließend wird das Rühren wieder aufgenommen und die konzentrierten Kapseln redispersiert. Eine 10%ige (g/g) Natriumbenzoatlösung (10,2469 g) wird zu den Kapseln als Konservierungsmittel zugegeben. Nach gründlichem Vermischen wird die Charge mit 50%iger Citronensäure auf einen pH-Wert von 2,75 eingestellt und anschließend 5 bis 10 min vermischt. Eine Lösung von Xanthangummi (0,1% bis 0,3%) und Propylenglycol (0,2% bis 0,6%) werden langsam zu der Mischung der Kapseln zugegeben, um die Viskosität der Kapseln zu stabilisieren und zu steuern. Das Mischen wird 30 min fortgesetzt.

### Patentansprüche

1. Verfahren zum enzymatischen Einkapseln von Ölteilchen mit Protein durch komplexe Coacervation, das die folgenden Stufen umfasst:  
Bilden eines komplexen Coacervats oberhalb der Gelieretemperatur;  
Zugeben eines Öls und Bilden einer groben Emulsion von Ölteilchen in Wasser;  
Abkühlen, um eine Kolloidhülle um die Ölteilchen herum abzuscheiden; und  
Zugeben eines Enzyms zu dem Wasser zum enzymatischen Vernetzen der Kolloidhülle bei einer Temperatur von 5°C bis 10°C, um mit Protein eingekapselte Ölteilchen zu bilden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das Gelieren durch Abkühlen auf eine Temperatur bei oder unter dem Gelpunkt des Kolloids erfolgt.

3. Verfahren nach Anspruch 2, wobei der Gelpunkt 20°C bis 27°C beträgt.

4. Verfahren nach Anspruch 2, wobei das Gelieren durch Abkühlen auf eine Temperatur von 5°C bis 10°C erfolgt.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 4, wobei die Abkühlrate 1°C pro 5 min beträgt.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 5, wobei die anfängliche Rate des Abkühlens auf den Gelpunkt von 20°C bis 27°C 1°C pro 5 min beträgt und die Temperatur anschließend rasch auf 5°C bis 10°C verringert wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei eine grobe Emulsion der Kolloide und des Öls gebildet wird und die Teilchen der groben Emulsion eine Größe von 100 µm bis 2.000 µm besitzen.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei das Enzym eine Transglutaminase ist.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei das Enzym eine Transglutaminase ist, die aus der Gruppe von natürlich vorkommender, chemisch synthetisierter und rekombinant hergestellter Transglutaminase ausgewählt ist.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei das Enzym eine Transglutaminase ist und eine Konzentration von 1 Gew.-% bis 10 Gew.-% in einem Träger besitzt.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei das Enzym eine Transglutaminase ist und eine Konzentration von 1 Gew.-% bis 10 Gew.-% in einem Träger besitzt, und der Träger aus der Gruppe ausgewählt ist, die aus Dextrin, Natriumcaseinat und Zucker besteht.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei die mit Protein eingekapselten Ölteilchen eine Größe im Bereich von 100 µm bis 300 µm besitzen.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei das Öl ein Geschmackstofföl ist.

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei eines der Kolloide aus der Gruppe ausgewählt ist, die aus einer Gelatine und einem Agar besteht.

15. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei eines der Kolloide Gelatine ist und die Gelatine eine Konzentration von 10 Gew.-% besitzt.

16. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei eines der Kolloide aus der Gruppe ausgewählt ist, die aus Carboxymethylcellulose, Natriumhexa-

metaphosphat, Gummi arabicum und Kombinationen hiervon besteht.

17. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei die Kolloide Gelatine und Carboxymethylcellulose sind.

18. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei die Kolloide Gelatine und Carboxymethylcellulose in einem Verhältnis von 1 : 0,1 sind.

19. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei das komplexe Coacervat durch Verdünnen der groben Emulsion mit Wasser gebildet wird.

20. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei die Transglutaminase durch Einstellen des pH-Werts auf einen pH-Wert von etwa weniger als 3 deaktiviert wird.

21. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei die Transglutaminase durch Einstellen des pH-Werts mit Citronensäure auf einen pH-Wert von etwa weniger als 3 deaktiviert wird.

22. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Vernetzen bei einem pH-Wert von 2 bis 10 durchgeführt wird.

23. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Vernetzen bei einem pH-Wert von etwa 7 durchgeführt wird.

24. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das komplexe Coacervat durch Verdünnen der groben Emulsion mit Wasser gebildet wird, wobei die Kolloide eine Gelatine und eine Carboxymethylcellulose sind, die Kolloidhülle bei einer Temperatur von 5°C bis 10°C stabilisiert wird und die Kolloidhülle bei einer Temperatur bei einem pH-Wert von etwa 7 mit Transglutaminase vernetzt wird.

25. Produkt des Verfahrens nach einem der vorhergehenden Ansprüche mit einer Teilchengröße von 100 µm bis 300 µm.

26. Produkt des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 24 mit einer Teilchengröße von 100 µm bis 300 µm, das beim Kauen brüchig ist.

27. Verwendung der eingekapselten Ölteilchen, insbesondere der eingekapselten Geschmackstoffölteilchen, hergestellt nach dem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 24, als Additiv für Nahrungsmittel oder Futtermittel.

Es folgen 2 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

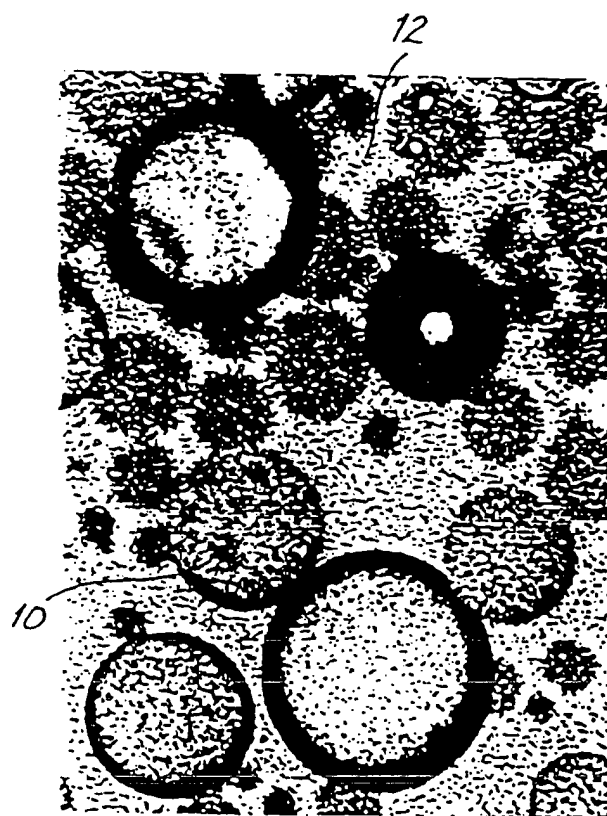


FIG. 1

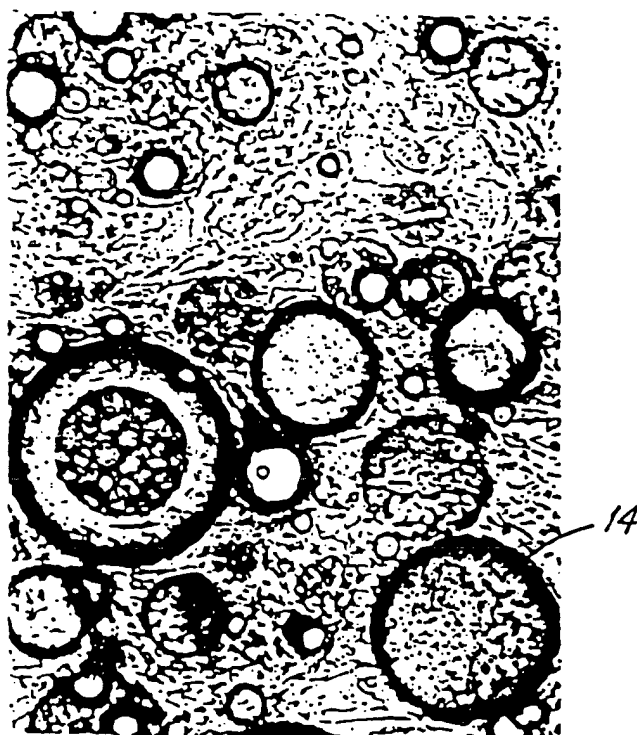


FIG. 2

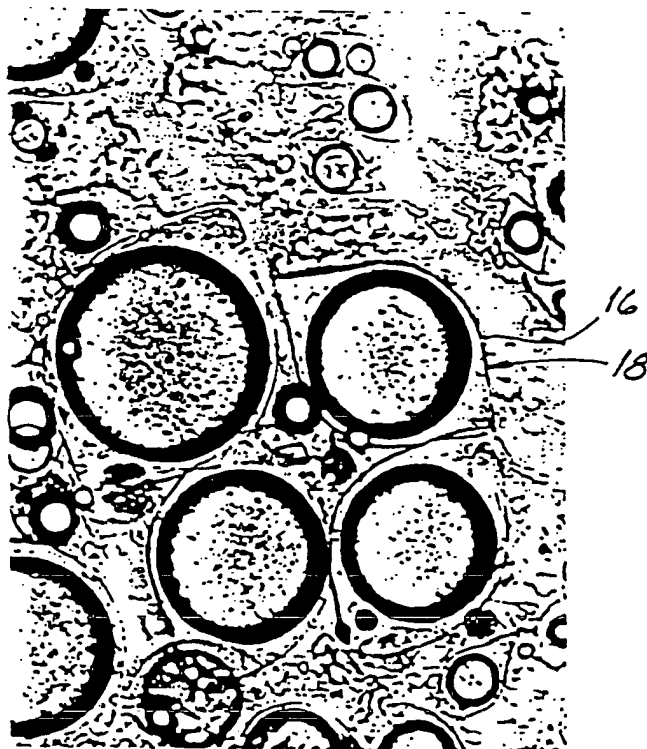


FIG. 3

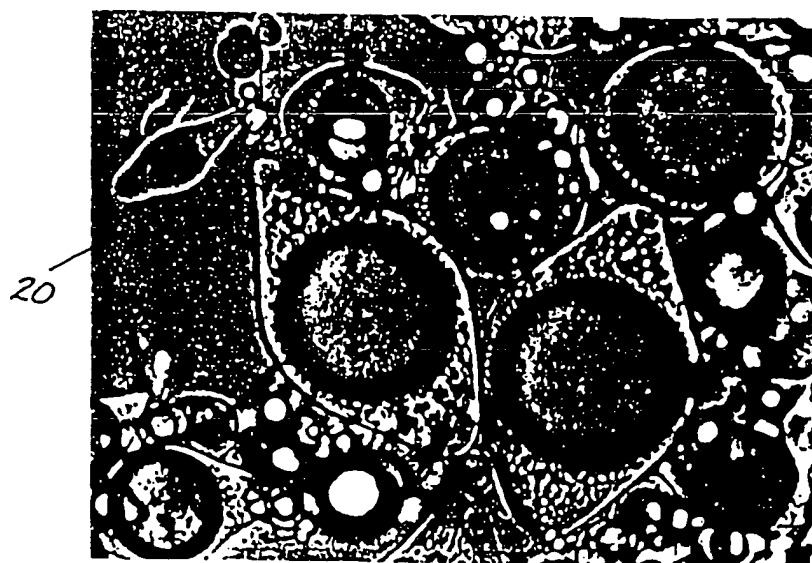


FIG. 4