



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102007148 B

(45) 授权公告日 2012. 11. 14

(21) 申请号 200980114699. 1

代理人 邓琪

(22) 申请日 2009. 04. 21

(51) Int. Cl.

(30) 优先权数据

C08B 37/00 (2006. 01)

08007836. 3 2008. 04. 23 EP

C08L 5/00 (2006. 01)

08009894. 0 2008. 05. 30 EP

(56) 对比文件

(85) PCT申请进入国家阶段日

US 4613377 , 1986. 09. 23, 第 10 栏第 35 行 - 第 56 行 .

2010. 10. 19

WO 9731544 A1, 1997. 09. 04, 第 1 页第 3 段 - 第 3 页第 1 段, 第 16 页第 1 段 - 末段 .

(86) PCT申请的申请数据

PCT/EP2009/002877 2009. 04. 21

WO 9731544 A1, 1997. 09. 04, 第 1 页第 3 段 - 第 3 页第 1 段, 第 16 页第 1 段 - 末段 .

(87) PCT申请的公布数据

W02009/129985 EN 2009. 10. 29

审查员 刘庆

(73) 专利权人 蒂西苏克拉菲纳德里有限公司

地址 比利时泰尼恩

(72) 发明人 金·玛莎·约瑟法·弗罗宁恩克斯

弗朗索瓦·爱丽丝·阿方索·赫罗福

瑟

(74) 专利代理机构 上海智信专利代理有限公司

31002

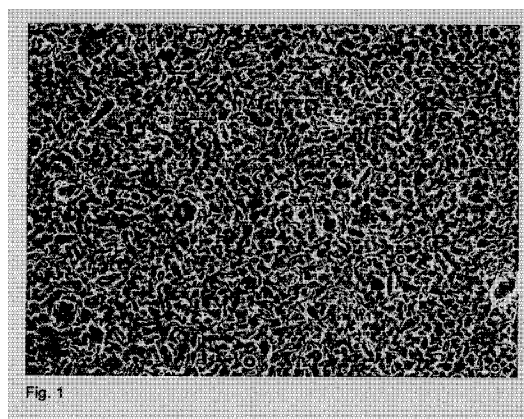
权利要求书 1 页 说明书 8 页 附图 2 页

(54) 发明名称

含果聚糖微粒的水分散液, 制备方法及其应用

(57) 摘要

本发明涉及一种含果聚糖微粒的水分散液, 其中该含果聚糖微粒的 D_{50} 介于 $2\mu\text{m}$ - $50\mu\text{m}$ 之间, 且水分散液中的固体含量在总体上介于 61wt. % - 80wt. % 之间。本发明进一步涉及含果聚糖微粒的水分散液的制备方法, 包括 : a) 将果聚糖和水进行混合以形成混合物的步骤 ; b) 可选的水解步骤, 其混合物中的一部分果聚糖被水解, 使得经过步骤 b), 混合物中所有果聚糖的 5wt. % - 25wt. % 在室温下基本不溶解 ; c) 可选的纯化步骤, 其混合物与净化剂接触, 随后从混合物中除去该净化剂 ; d) 浓缩步骤, 其混合物被浓缩, 使得固体含量介于 61-80% 之间, 从而形成该水分散液。



1. 一种含果聚糖微粒的水分散液,其特征在于:
含果聚糖微粒的 D_{50} 介于 $2\mu\text{m}$ - $50\mu\text{m}$ 之间;
水分散液中的固体含量在总体上介于 61wt. %-80wt. % 之间。
2. 如权利要求 1 所述的水分散液,其特征在于,所述果聚糖基本由菊粉组成。
3. 如权利要求 2 所述的水分散液,其特征在于,总体上水分散液的 5wt. %-25wt. % 由菊粉组成,其具有的聚合度 DP 至少为 11。
4. 如权利要求 2 所述的水分散液,其特征在于,所述菊粉的平均聚合度 \overline{DP} 介于 5-15 之间。
5. 如权利要求 1-4 中任一项所述的水分散液,其特征在于,所述的水分散液的 D_{10} 介于 $0.5\mu\text{m}$ - $5\mu\text{m}$ 之间,粘度介于 $5\text{Pa}\cdot\text{s}$ - $50000\text{Pa}\cdot\text{s}$ 之间。
6. 一种制备含果聚糖微粒的水分散液的方法,包括:
 - a) 将果聚糖和水进行混合以形成混合物的步骤;
 - b) 水解步骤,其混合物中的一部分果聚糖被水解,使得经过步骤 b), 混合物中所有果聚糖的 5wt. %-25wt. % 在室温下基本不溶解;
 - c) 可选的纯化步骤,其混合物与净化剂接触,随后从混合物中除去该净化剂;
 - d) 浓缩步骤,其混合物被浓缩,使得固体含量介于 61-80% 之间,从而形成该水分散液。
7. 如权利要求 6 所述的方法,其特征在于,在步骤 b) 中在所述的混合物中加入晶种化合物。
8. 如权利要求 7 所述的方法,其特征在于,在步骤 d) 的过程中或者在这之后立即将温度降低至低于 40°C 。
9. 如权利要求 6-8 中的任一项所述的方法,其特征在于,在步骤 d) 的过程中或者在这之后进行剪切步骤 e), 对所述混合物进行剪切。
10. 如权利要求 9 所述的方法,其特征在于,剪切步骤 e) 通过搅拌容器来进行,其持续的时间介于 5min-48h 之间。
11. 如权利要求 6-8、10 中的任一项所述的方法,其特征在于,完成步骤 c) 的净化剂包括阴离子交换树脂和 / 或活性炭。
12. 如权利要求 9 所述的方法,其特征在于,完成步骤 c) 的净化剂包括阴离子交换树脂和 / 或活性炭。
13. 根据权利要求 1-4 中的任一项的水分散液在人体营养液和动物营养液中的应用。

含果聚糖微粒的水分散液, 制备方法及其应用

技术领域

[0001] 本发明涉及一种含果聚糖微粒的水分散液, 含果聚糖微粒的水分散液的制备方法, 及其应用。

背景技术

[0002] 含果聚糖微粒的水分散液本身是已知的。这种分散液的产生通常是在当果聚糖在水中具有有限的溶解度时, 例如菊粉, 特别是当聚合度至少为 11 的菊粉链与水混合时。

[0003] 这种已知的分散液的常见的缺点在于不稳定, 在这种意义上是指保存时的沉淀物的形成。这种分散液的另一个常见的缺点在于分散液太粘和 / 或形成凝胶, 使得不可能像所需的液体系统那样处理分散液, 例如泵送。

发明内容

[0004] 本发明的一个目标是减少或者甚至消除所述的缺点。

[0005] 所述的目标通过提供一种含果聚糖微粒的水分散液来实现, 其中该含果聚糖微粒的 D_{50} 介于 $2\ \mu\text{m}$ - $50\ \mu\text{m}$ 之间, 且水分散液中的固体含量在总体上介于 61wt. % -80wt. % 之间。

[0006] 本发明的一个优点在于含果聚糖微粒的水分散液是稳定的, 例如经过长达数周或者数月的长时间储存而不形成沉淀物, 同时该分散液可像液体系统进行处理, 例如通过泵送。

[0007] 专利 US-A-840884 涉及一种控制和 / 或改变菊粉形态的方法。利用这种方法, 菊粉可被制备成具有所需的主要为针状的形态或者主要为扁圆状 (obloid) 的形态。本发明的可控形态的菊粉 (例如针状, 扁圆状, 或者其组合) 可用于低脂和 / 或脱脂粘稠食品中, 其菊粉作为油脂模拟物。通过控制食品中使用的菊粉的形态, 可以更好地控制食品的感官和物理特性。

[0008] 专利 W096/01849A 涉及一种分馏的糖组分多分散系, 其定义为: 比天然糖组分多分散系的平均聚合度 $av. DP$ 具有显著提高的平均聚合度 $av. DP$, 几乎不含小分子单体、二聚体和低聚体, 几乎不含选自色素、盐、蛋白质和有机酸的杂质, 几乎不含诸如助溶剂的工艺助剂。

[0009] 专利 US H2095H 涉及一种作为油脂替代品的菊粉 / 胶状水解纤维素的组合物。

[0010] 专利 W097/31544A 涉及一种的由水、大体线性的单糖聚合物和不溶性材料组成的凝胶组合物, 该组合物显示出异常的胶凝强度、热力学稳定性和感官特性, 可用于食品的油脂模拟物。一个优选的生产方法包括升高温度将组合物微粒化 (microparticulating)。

[0011] 专利 EP-A-0627490 涉及一种制备长链菊粉的制备方法, 其同时分离葡萄糖和果糖, 菊粉粗品溶度占重量 20-70% 的菊粉粗品的水悬浊液在 30-70°C 水解酶酶解处理, 其中的短链片段降解为单糖和二糖, 并且长链菊粉从单糖和二糖中分离并转化为干物质, 以这种方式制备并应用于食品中。

[0012] 本发明涉及一种水分散液。在此,术语“分散液”指两相体系,其一相为连续相而另一项是非连续相,其非连续相被分散遍布于连续相。根据本发明的水分散液中的非连续相示为微粒。在此,术语“微粒”包含固体实体和液体实体。如果微粒是固体,其可示出为各种形态,例如固体颗粒,附聚物,或者(半)-多孔多晶体。

[0013] 总体来说,分散液可能包括一种分散剂,例如单独添加且特定的用于帮助产生或用于稳定分散液和/或影响微粒大小的化合物或者化合物的混合物。虽然分散剂可用于根据本发明的分散液中,但优选不用,使得在优选实施例中,根据本发明的水分散液本来就不含有分散剂。

[0014] 分散液的一个重要的性能就是它的稳定性,这里的稳定性定义为分散粒子缺乏被分离、凝结或者沉淀的趋势。在此,分散液被制备完后保存在 15-30°C 至少 24h 观察不到显著的分,凝结或者沉淀,则视为稳定的。如果分散液被保存在 15-30°C 在制备完至少一个星期后还没有观察到分离、凝结和沉淀,该分散液可称为非常稳定。

[0015] 本发明的水分散液中的微粒包含果聚糖,或者优选基本由果聚糖组成。在此所使用的术语“果聚糖”具有它通常的作为普通术语的含义,即涉及由寡糖和/或多糖组成的多分散的糖料,以葡萄糖为起始原料优选通过果糖基-果糖键相连。果聚糖的含义包括特定的化合物菊粉,其果糖基-果糖键主要是 β (2-1) 型,而果聚糖的果糖基-果糖键主要是 β (2-6) 型。

[0016] 在此,术语“菊粉”的含义还包括已知的低聚糖果糖化合物,典型的低聚糖果糖是聚合度 (DP) 介于 2-10 之间的菊粉。

[0017] 在此,术语“低聚糖果糖”和“低聚果糖”被认为是同义词。

[0018] 优选的,根据本发明的水分散液中的果聚糖包括菊粉或者甚至仅由菊粉组成。更优选的,根据本发明的水分散液仅由水和果聚糖组成。

[0019] 已知,果聚糖,例如菊粉,在水中具有一定的溶解度,该溶解度显现出对 DP 的依赖性。因此,当 DP 是 10 或更低时,菊粉在室温下具有良好的水溶性,同时还观察到,当 DP 是 11 或更高时,菊粉化合物在室温下的不溶性逐渐增大,同时已知需要花几个小时甚至长达 24 小时以使其自身建立平衡。另外,已知菊粉的溶解度依赖于温度,当温度提高时其溶解度增加。而且,已知诸如果聚糖的溶解度具有临界浓度限制,在这个临界值以下的果聚糖,虽然具有很高的 DP,据说无论如何也可互溶。

[0020] 因此,如果将 DP 低于 10,及 DP 为 11 或者更高的多分散菊粉产品与水混合,可观察到部分菊粉溶于水,而另一部分保持不溶解,从而显示为微粒。在本发明的框架内,术语“分散液”还包括具有溶解的和溶解的果聚糖的体系。

[0021] 术语“基本上由……组成”或者“基本仅”和“等同物”具有涉及组合物的常用含义,即除了必须的化合物,例如果聚糖,也可含有其他的化合物,组合物的基本性质并不受这些存在的化合物的影响。

[0022] 根据本发明的水分散液中的果聚糖应该可以形成分散液,因此,在 15-30°C,至少部分水中的果聚糖应当具有有限的或者甚至几乎不溶的水溶性,在维持 24h 后,该部分在水中的浓度为以 5wt. % 或更高。由于果聚糖的溶解度随着 DP 显著变化,这就需要理解一部分果聚糖具有的 DP- 通常意味着足够高-以改善室温下的不溶性。优选的,因此,至少 5wt. % 的水分散液总体由不溶的果聚糖组成,例如具有的聚合度 (DP) 至少 11。所述的

wt. % 优选为最多 25wt. %，其优点在于水分散液的粘度可以保持在足够低以允许水分散体系的处理。

[0023] 根据本发明的水分散液含有微粒。微粒大小应该在某个限定值内以确保分散既稳定又可作为液体处理。

[0024] 含果聚糖的微粒在实际中很少呈现为规则的球形。为了依然可以定义微粒的尺寸，在此使用一种通常使用的方法，即依据激光衍射粒度测试的结果估计微粒的大小。已知这种测试利用待测颗粒相等的光散射图像来预测球体的直径；测定与球体相等的平均横截面积的光散射来得到一个良好的估计值。关于大小测定的更多的细节在下面的实施例中给出。

[0025] 由于含果聚糖的微粒在实际应用中通常不是具有大小而是显示出一种尺寸分布，人们发现可以通过微粒参数 D_{50} 来帮助表达微粒的大小。已知，“具有 β 的 D_c 的一批微粒”的含义是大小最多为 β 的微粒占这批微粒总量 α wt. %。根据本发明，优选含果聚糖微粒的 D_{50} 介于 $2\ \mu\text{m}$ – $50\ \mu\text{m}$ 之间。更优选的，含果聚糖微粒的 D_{50} 至少为 $3\ \mu\text{m}$, $4\ \mu\text{m}$, $5\ \mu\text{m}$ 或 $6\ \mu\text{m}$ ；且至多为 $45\ \mu\text{m}$, $40\ \mu\text{m}$, $35\ \mu\text{m}$, $30\ \mu\text{m}$, $25\ \mu\text{m}$, $20\ \mu\text{m}$ 或 $15\ \mu\text{m}$ 。而且，优选 D_{10} 的值介于 $0.5\ \mu\text{m}$ – $5\ \mu\text{m}$ 之间，优选介于 $1\ \mu\text{m}$, $1.25\ \mu\text{m}$ 或 $1.5\ \mu\text{m}$ – $1.75\ \mu\text{m}$, $2.0\ \mu\text{m}$, $2.5\ \mu\text{m}$, $3\ \mu\text{m}$ 或者 $4\ \mu\text{m}$ 之间；其优点在于很小的微粒的总量始终被限制；我们发现由此稳定性 – 和 / 或作为水分散液的操作性能得到进一步的改善。

[0026] 正如上述讨论，根据本发明的水分散液中的果聚糖优选包括菊粉或者仅由菊粉组成。与粉末状菊粉相比，这种菊粉的优点在于可以更容易地溶于很多液体或者凝胶状食品中，例如像牛奶和酸奶的乳制品，和水果提取物。

[0027] 考虑到经济因素，当水分散液中具有相对高的固体含量时通常具有优势，因为由此可以避免运输大量的不必要的水。因此，优选占水分散液的 5wt. %–25wt. % 全部由微粒状的果聚糖组成；这意味着诸如菊粉的果聚糖具有至少 11 的聚合度 (DP)。为了更好地增加水分散液中的果聚糖含量，同时实现稳定和易于处理操作的目标，优选水分散液中还含有溶解的果聚糖。当存在菊粉时，这意味着水分散液还包括低聚糖果糖。在水分散液中的溶解或者不溶解的果聚糖的总量应当使得水分散液中的固体含量在总体上介于 61wt. %–90wt. % 或 85wt. %，优选介于 62wt. %，63wt. %，64wt. % 或 65wt. %–80wt. %。

[0028] 在此，水分散液中的“固体含量”具有通常的含义，即在 70°C 下真空干燥测定样品质量。固体含量的测定的其他的细节在下面的实施例中给出。

[0029] 在一个特别优选的实施例中，水分散液中的固体含量在总体上至少使得明显有助于微生物稳定性。在此使用的微生物稳定性意味着针对非预期的微生物生长的抵抗力。技术人员公知，固体含量的精确组成依赖于所使用的果聚糖的类型，并且可能通过常规的实验来简单进行测定，在该实验中需要测定具有各种固体含量值的水分散液的微生物稳定性。如果水分散液中的果聚糖主要或者基本都由菊粉组成，固体含量值优选最多 80, 78, 76, 75, 74, 73 或者甚至 72%。

[0030] 如果固体含量足够高而获得所需的微生物稳定性，或者水分散液为了其他的原因 – 例如假定在制备完成后需要立即进行使用，就不需要考虑这些现象，然后本发明的水分散液就不需要添加防腐剂。因此，虽然本发明的水分散液通常可能包括一种防腐剂，但优选的水分散液中不含有防腐剂。正如上述讨论，特别是在当固体成分足够高从而可以确保

微生物稳定性的情况下。

[0031] 在根据本发明的各种优选的实施例中,水分散液包括溶解的果聚糖和微粒形态的果聚糖。在这些实施例中,优选所有果聚糖的平均聚合度(\overline{DP})介于4.5-15之间,更优选的介于5-10之间,最优选的介于5.5-9之间。该 \overline{DP} 值对应于给定菊粉样品中的糖单元(G和F单元)的总量除以样品中所有菊粉分子的总量,不考虑样品中可能存在的单糖葡萄糖(G)和果糖(F)和二糖蔗糖(GF)。平均聚合度通常通过文献(De Leenheer et al. in *Starch/Starke*, 46, (5), 193-196, (1994) and in *Carbohydrates as Organic Raw Materials*, Ed. H. VanBekum et al. for CRF, Wageningen, The Netherlands, Vol. III, 67-74, (1996))描述的方法进行测定。

[0032] 在本发明的一个优选实施例中,水分散液中的微粒大小和固体含量被选择为,优选通过常规实验选择一个既定的范围,即水分散液的粘度介于5-50000Pa. s之间,优选介于10-40000Pa. s之间,更有选的介于20-30000Pa. s之间。其具有的优点是达到介于稳定性和可操作性之间的最佳平衡。

[0033] 我们发现如果水分散液具有很高的粘度,例如大于500或者1000Pa. s,但依然在优选的范围内,就需要增加剪切应力来完成粘度测定。应该不需要施加这么多的剪切力来破坏水分散液;正如技术人员公知,对样品施加可控的和增加的剪切应力来进行震荡扫描测定通常可以提供必需的信息。

[0034] 根据本发明的水分散液可通过简单地将合适的含果聚糖微粒和水进行混合来制备。在操作中确保-例如选择原料使得化合物显现出非溶解的DP-至少部分微粒不溶或者不完全溶解。而且,应该确保-例如通过选择或筛分工艺,原料所具有的微粒-在完全与水混合后,其 D_{50} 介于2 μ m-50 μ m之间。还有,应当确保水分散液的固体含量在总体上介于61wt. %-80wt. %之间。

[0035] 在本发明的另一个优选实施例中,水分散液的制备工艺包括:

[0036] a) 将果聚糖和水进行混合以形成混合物的步骤;

[0037] b) 可选的水解步骤,其混合物中的一部分果聚糖被水解,使得经过步骤b),混合物中所有果聚糖的5wt. %-25wt. %在室温下基本不溶解;

[0038] c) 可选的纯化步骤,其混合物与净化剂接触,随后从混合物中除去该净化剂;

[0039] d) 浓缩步骤,其混合物被浓缩,使得固体含量介于61-90或85%之间,从而形成该水分散液。

[0040] 根据本发明的步骤a)中,果聚糖和水混合形成混合物。这个步骤可以通过已知的混合手段来完成。用于制备混合物的水的总量优选比设想的用于制备的水分散液中多至少5wt. %,以混合物的总量进行测量。混合物中的水含量优选比设想的用于制备的水分散液中高5%-500%,优选高10%-300%。在本发明的一个实施例中,步骤a)以萃取的步骤进行,其中果聚糖通过公知的工艺从植物资源中提取获得。合适的植物资源的一个例子是菊苣。

[0041] 同时确保至少部分果聚糖在15-30°C下不溶于水是非常重要的,但是可能该所述部分太多使得水分散液太黏而不便于处理。可能执行步骤b)有利于改善该问题。果聚糖的水解通过公知的方法进行,例如酸解或酶解。在一个实施例中,优选通过酶解来完成。已知酶解是通过将果聚糖和菊粉酶在合适的温度和pH的条件下混合完成。优选,水解通过主

要具有或者基本仅具有内切菊粉酶活性的酶进行水解完成。

[0042] 在完成水解步骤时,必须确保仍然具有部分果聚糖化合物在 15-30°C 下不溶解。因此水解步骤的进行应该恰好在完成步骤 b) 后,混合物中所有果聚糖的 5wt. % -25wt. % 在室温下基本不溶解。在此将室温定义为 21°C。进行的水解步骤所需要的对 DP 值的还原,可通过及时地停止水解反应来实现。这可以通过已知的方式来完成,例如通过提高 pH 值和 / 或温度。

[0043] 由于所使用的原材料,在步骤 a) 或 b) 中形成的混合物可能需要进行纯化。在这种情况下,需要进行纯化步骤 c),其混合物与净化剂接触,随后从混合物中除去该净化剂。该净化剂可以包括例如交换树脂和 / 或活性炭。净化剂的除去可以通过已知的工艺来进行,例如,通过示出为固定形式的净化剂,例如固化床,并且通过让混合物沿着净化剂流动。

[0044] 根据本发明的工艺,步骤 a) 或者可能的步骤 b) 或者 c) 的后面接着是浓缩步骤 d)。在这个步骤中,其混合物被浓缩,使得固体含量介于 61-80% 之间,从而形成该水分散液。在此,术语“浓缩”意味着水含量的减少。该浓缩可通过已知的工艺进行,例如蒸发或者膜分离。

[0045] 蒸发可通过例如多效降膜蒸发器来进行,或者是一个升膜蒸发器,或者其他类型的蒸发设备或者其组合。

[0046] 除了确保混合物中的固体含量增加,步骤 d) 还通常会引起(额外的)晶体的形成。在这个工艺中,期望通过晶体的形成来确保形成根据本发明的水分散液。在本发明的一个实施例中,在步骤 d) 中影响晶体的形成是通过冷却和 / 或在混合物中添加晶种来实现。

[0047] 我们发现严格控制浓缩步骤 d) 的温度可以有助于使根据本发明的水分散液具有良好的处理操作性能。因此步骤 d) 通过蒸发来进行,然后优选在步骤 d) 的过程中或者在步骤 d) 后立即将温度迅速降低至 40°C 以下,更优选地低于 30°C。如果在混合物中添加晶种,优选的晶种由果聚糖微粒组成。更优选的,果聚糖和晶种基本由菊粉组成。

[0048] 在完成浓缩步骤以后,即形成了本发明的水分散液,可就这么使用或者经过进一步的处理后使用,例如通过诸如热交换器或者急速冷却设备将分散液温度的控制在 15-30°C 之间。

[0049] 在浓缩步骤 d) 的过程中或者过程后,优选进行剪切步骤 e)。在这个步骤中,对混合物或者水分散液施加剪切力。进行剪切的优点在于避免或阻止过大的微粒或凝结块的形成,从而降低微粒凝结和 / 或沉淀的趋势;所述的避免或阻止有利于水分散液的稳定性。进行剪切的另一个优点在于将增加作为晶种的微粒的数量。由于所述的优点,剪切步骤 e) 有助于控制本发明的水分散液中的微粒的大小及尺寸分布,使得 D_{50} 和 D_{10} 达到期望的上述提及的范围内。剪切步骤 e) 总体上可(进一步)增加本发明的水分散液的稳定性。

[0050] 令人意外的是,我们发现剪切步骤 e) 还可降低或者甚至完全避免水分散液形成不可泵送的凝胶的趋势。在一个优选的实施例中,如果要浓缩步骤 d) 之后进行在剪切步骤 e),应该在步骤 d) 完成后的一周内进行步骤 e)。优选在步骤 d) 的 24 小时内或者甚至 8 小时内进行步骤 e);也可在步骤 d) 的 1 小时内或者刚完成后就立即进行步骤 e)。

[0051] 因此,本发明的一个实施例涉及含果聚糖微粒的水分散液,其水分散液的制备工艺至少包括步骤 e),其在步骤 a),可选的 b),可选的 c) 和 d) 之后进行步骤 e)。另外,本发明的含果聚糖微粒的水分散液可通过步骤 a) 形成的混合物上直接进行步骤 e) 来获得。

[0052] 剪切步骤 e) 可通过本领域的技术人员公知的工艺来完成。进行剪切步骤 e) 的一个例子是通过搅拌容器中的混合物来进行, 其中该容器上设有搅拌装置, 例如搅拌桨。正如技术人员所公知, 进行剪切步骤 e) 的特定的条件根据微粒的情况变化; 应该注意剪切步骤 e) 的持续时间优选为至少 5 分钟, 并且在一个优选的实施例中, 介于 1 小时 -48 小时之间, 更优选的介于 12 小时 -36 小时之间。应该进一步注意到如果 (通过技术人员公知的工艺) 使得剪切活动完全穿透水分散液, 将使剪切步骤 e) 更为有效, 特别是当分散液的粘度很高的时候。

[0053] 进行剪切步骤 e) 的另一个例子是使水混合物穿过静态混合器, 其中静态混合器应该设计成在水分散液内部或者优选整个分散液中产生足够的剪切。

[0054] 本发明进一步涉及根据本发明的水分散液在人类营养或者动物营养中的应用。原则上, 菊粉的应用适用于本发明中的水分散液。由于本发明的水分散液的液体性质, 特别适用于便于液体形式的情况和 / 或最终的应用是凝胶或者诸如奶制品, 饮料和水果提取物的液体。

附图说明

[0055] 本发明通过接下来的附图和实施例来进行阐述, 但并不用于限制本发明。

[0056] 图 1 是根据本发明的实施例 1 的水分散液的照片; 此样品的照片是从静止贮存了 4 个月的容器的顶部俯视拍摄的;

[0057] 图 2 是与图 1 相同的水分散液的照片; 但此照片是从容器的底部拍摄的;

[0058] 图 3 示出了本发明的实施例 1 的水分散液中所含的菊粉的戴安 (Dionex) HPAEC 图 (高效阴离子交换色谱);

[0059] 图 4 是从菊苣中萃取的活性菊粉的戴安 (Dionex) 色谱图。

具体实施方式

[0060] 实施例 1

[0061] 固体含量的测定

[0062] 固体含量的测定是通过测量样品在真空干燥前后的重量差来进行的。该已知的过程包括步骤:

[0063] 提供少量海砂;

[0064] 将所述海砂在 70°C 和 3500Pa 的真空度下真空干燥 4 小时; 对所述海砂进行称重, 结果用 P1 表示;

[0065] 在所述海砂中添加预定的固体含量;

[0066] 对制备的样品进行称重, 结果用 P2 表示, 并且将其置于 70°C 和 3500Pa 的真空度下真空干燥 20h;

[0067] 在干燥后对所述样品进行称重, 结果用 P3 表示;

[0068] 根据公式: $100 * (P3 - P1) / (P2 - P1)$ 计算固体含量。

[0069] 粘度测定

[0070] 粘度测定是通过 Bohlin CV 050 的旋转流变仪的仪器来进行。除非特别注明, 剪切压力控制在 1.5Pa。该测定被设置在温度 25°C 下不施加预剪切力, 在测定之前稳压一个

半小时。

[0071] 微粒尺寸的测量

[0072] 微粒尺寸的测量通过 Mastersizer 2000 仪器（购于 Malvern 公司）来进行，带有斯洛克 (Sciocco) 干粉进给单元或者用于液体样品的海德鲁 (Hydro) 2000S 单元。样品首先稀释至固体含量为 60wt. %，然后在 13000rpm 的条件下离心 90min 以分开悬浮颗粒。除去上层清液后，重新悬浮该颗粒于水中至折射因子为 1.39，并直接作为微粒尺寸测量。Mastersizer 仪器可测量尺寸介于 0.02 μm -2000 μm 之间。作为通常选用的设备，测定结果是在 5 秒内平均测定 5000 次。

[0073] 混合物和水分散液的制备

[0074] 将 840kg 菊粉（产品 Orafti GR, 购于 Beneo-Orafti）溶于水形成混合物，使得菊粉占 20% wt. %。菊粉 GR 的特点为平均 DP 值为 12, 70% wt. % 重量其中菊粉 GR 的 DP 为 11 或更大。

[0075] 将混合物的温度升高至 60°C。混合物在 140°C 下超高温 (UHT) 处理 30s。

[0076] 为了完成水解操作，混合物被投入到反应器中，温度升高到 60，pH 通过 H_2SO_4 调节到 5.4。随后，加入 280ml 内切菊粉酶（Novozymes® 960, batchKNN105）。在这些条件下，混合物反应 20 小时。通过 NaOH 将 pH 值升高到 8 来结束反应，然后在 90°C 下维持 15 分钟；这些条件使酶灭活。

[0077] 混合物冷却到 20°C，为了完成纯化步骤：通过引导该混合物穿过固定床的阴离子交换树脂 XA100RSCL 柱层析。随后调节混合物的 pH 为 6，通过引入活性炭（Norit® ROX0.8）并过滤（孔隙为 0.2 μm -0.4 μm ）。

[0078] 步骤 4，通过使用膜蒸发来进行浓缩步骤，直到固体含量达到 72%。由此形成水分散液并且通过管壳热交换器立即冷却至 22°C。

[0079] 水分散液的分析

[0080] 制备得到的水分散液通过分析具有如下性质：

[0081] - 固体含量 :72%

[0082] - 粘度 :60Pa. s

[0083] - D_{10} :2.3 μm

[0084] - D_{50} :8.0 μm

[0085] - 通过气象色谱测定在总体上占 16wt. % 的碳水化合物，如 11.5wt. % 的水分散液，具有的 DP 为 11 或更大

[0086] - \overline{DP} :6。如图 3 所示，其中对应于 DP 为 10 的波峰的滞留时间为 20min

[0087] - 稳定性 :非常稳定 ;在 4 个月的存贮后没有沉降物或者凝聚物，如图 1 和 2 所示，其中两者都没有出现凝聚物和沉降物。

[0088] - 没有观察到凝胶形成，水分散液维持可泵送

[0089] 实施例 2

[0090] 根据本发明的水分散液如实施例 1 中的方式制备，但具有如下的不同：

[0091] - 添加的酶的数量由 280ml 减少到 150ml；

[0092] - 在浓缩步骤之后，水分散液通过管状设备转移到搅拌器中搅拌 24 小时（剪切步骤 (e)）。

- [0093] 水分散液具有如下的特点：
- [0094] - 固体含量 :70%
- [0095] - D_{10} :1.5 μm
- [0096] - D_{50} :6.0 μm
- [0097] - 通过气象色谱测定占水分散液的 25wt. %的碳水化合物具有的 DP 为 11 或更大
- [0098] - 稳定性 :非常稳定
- [0099] - 没有观察到凝胶形成,水分散液维持可泵送
- [0100] 实施例 3
- [0101] 根据本发明的水分散液如实施例 1 中的方式制备,但具有如下的不同：
- [0102] - 添加的酶的总量由 280ml 减少到 130ml ；
- [0103] - 在浓缩步骤之后,水分散液通过管状设备转移到搅拌器中搅拌 24 小时（剪切步骤 (e)）。
- [0104] 水分散液具有如下的特点；
- [0105] - 固体含量 :70% ；
- [0106] - 通过气象色谱测定占水分散液的 30wt. %的碳水化合物具有的 DP 为 11 或更大
- [0107] - 粘度 :12500Pa. s,其中由于水分散液的高粘度,粘度测定通过 10Pa(而不是 1.5Pa) 的更大的剪切力来进行
- [0108] - 稳定性 :非常稳定
- [0109] - 没有观察到凝胶形成,水分散液维持可泵送。

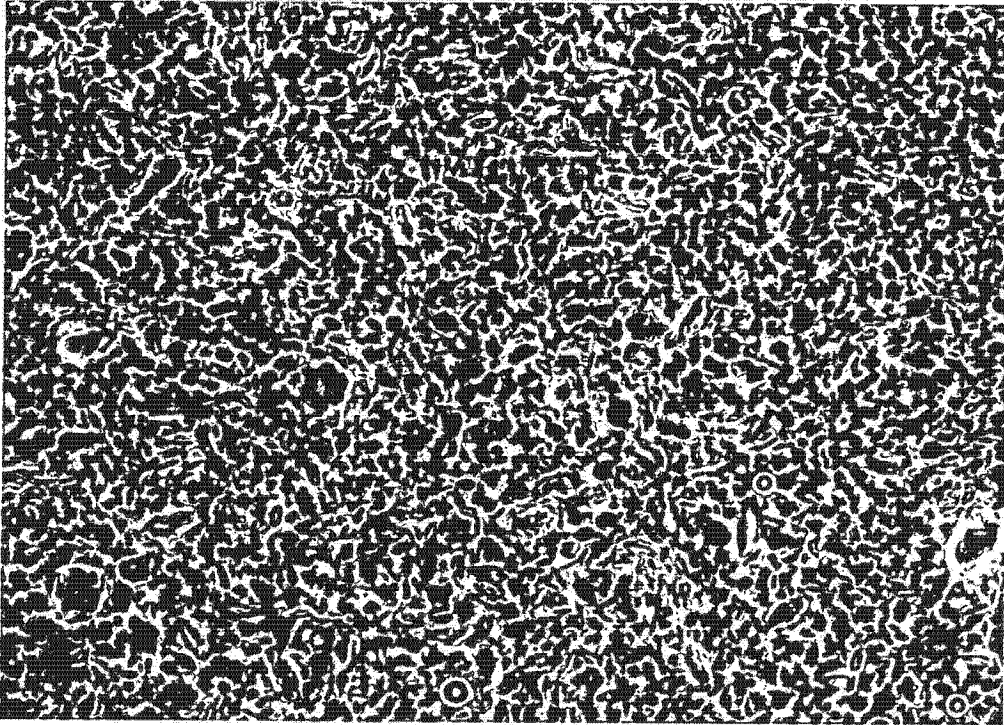


Fig. 1

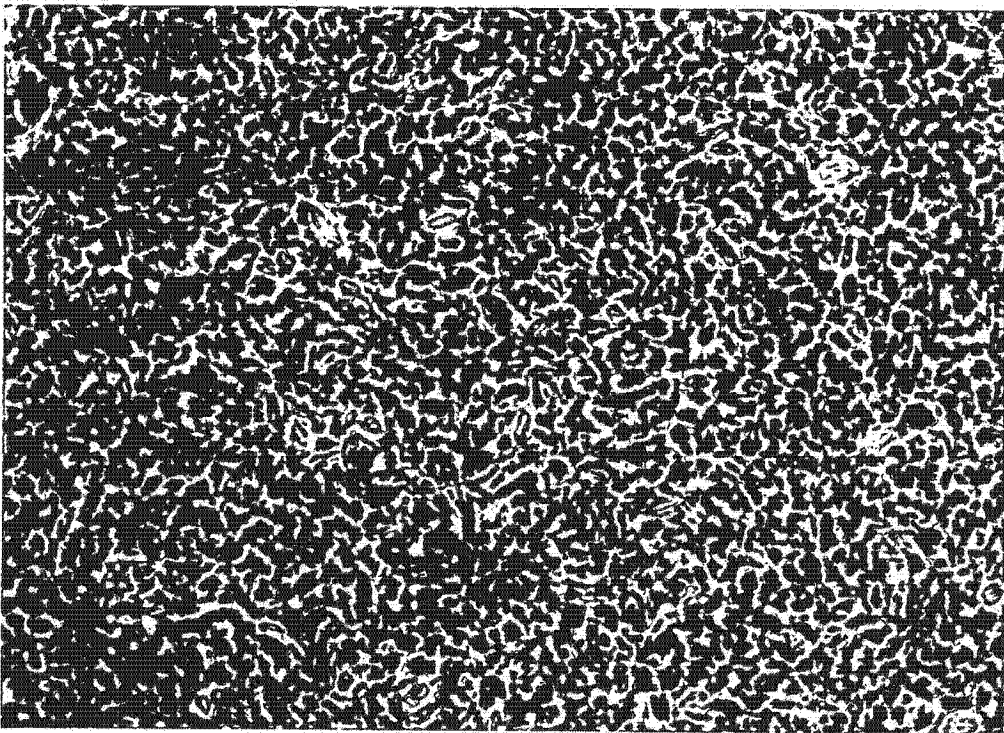


Fig. 2

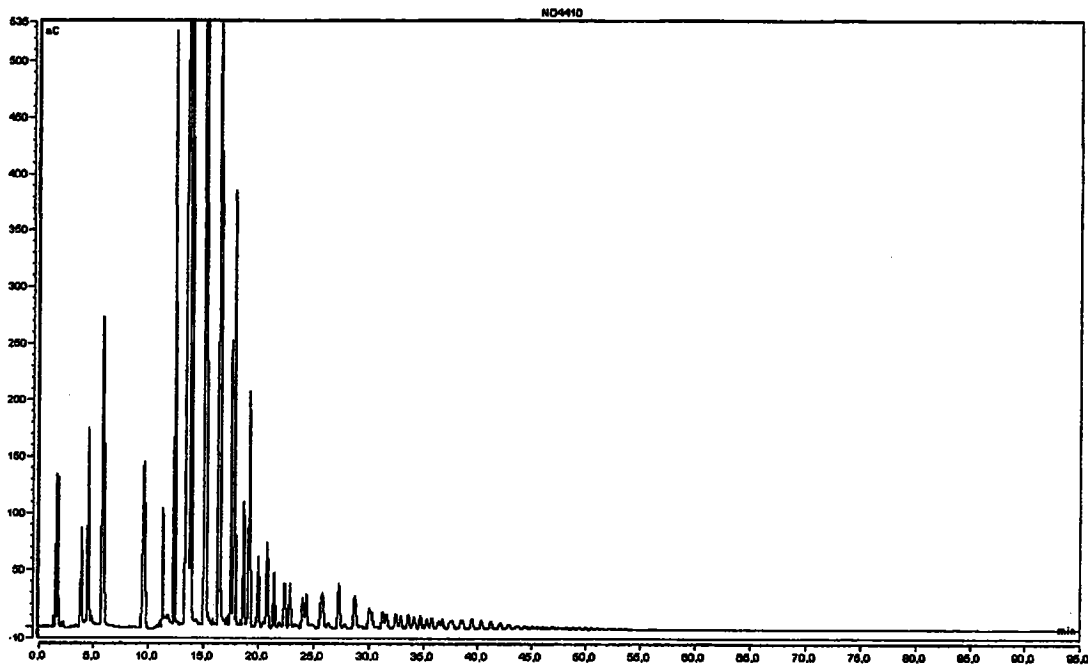


Fig. 3

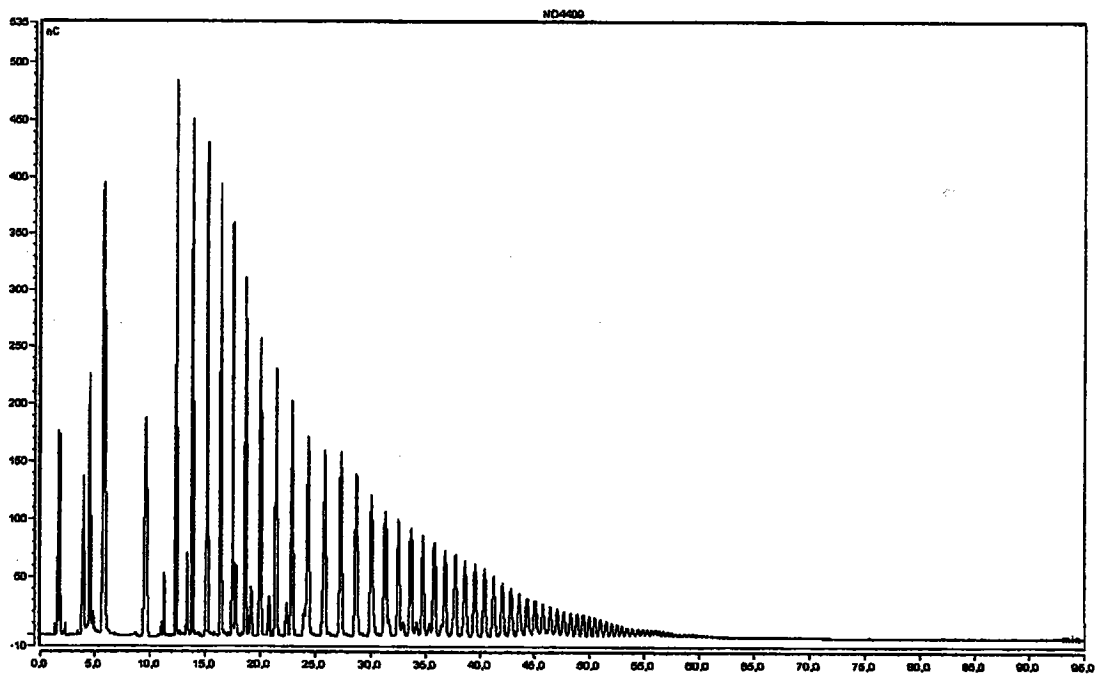


Fig. 4