



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: **2007131427/13**, **15.12.2005**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
15.12.2005

(30) Конвенционный приоритет:
19.01.2005 EP 05250266.3

(43) Дата публикации заявки: **27.02.2009**

(45) Опубликовано: **27.01.2010** Бюл. № 3

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: **EP 0198209 A**, **22.10.1986**. **EP 0391468 A**,
10.10.1990. **RU 2148935 C1**, **20.05.2000**.

(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную
фазу: **20.08.2007**

(86) Заявка РСТ:
EP 2005/013540 (15.12.2005)

(87) Публикация РСТ:
WO 2006/076953 (27.07.2006)

Адрес для переписки:
**129010, Москва, ул. Б.Спасская, 25, стр.3,
ООО "Юридическая фирма Городисский и
Партнеры", пат.пов. С.А.Дорофееву**

(72) Автор(ы):

ПЬЕР Франсуа-ксавье Анри (GB)

(73) Патентообладатель(и):

УНИЛЕВЕР НВ (NL)

(54) ЧАЙНЫЙ ЭКСТРАКТ, РАСТВОРИМЫЙ В ХОЛОДНОЙ ВОДЕ

(57) Реферат:

Предлагается чайный продукт, растворимый в холодной воде, и способ его получения. Способ включает стадии экстракции материала водой с получением чайного экстракта, удаление листового материала из чайного экстракта. Затем проводят концентрирование чайного экстракта, не содержащего листового материала, охлаждение экстракта, удаление чайных "сливок" из концентрированного чайного экстракта с получением фракции чайных "сливок" и фракции, из которой

чайные "сливки" удалены. После чего проводят растворение фракции чайных "сливок" в воде при 40-100°C с последующей ультрафильтрацией, приводящей к образованию пермеата и ретентата, и выделение пермеата. Получаемый при этом чайный продукт растворим в холодной воде, обладает хорошими цветовыми характеристиками, причем предлагаемый способ не зависит от добавления каких-либо химических веществ и обеспечивает приемлемый выход продукта. 2 н. и 4 з.п. ф-лы, 5 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: **2007131427/13, 15.12.2005**

(24) Effective date for property rights:
15.12.2005

(30) Priority:
19.01.2005 EP 05250266.3

(43) Application published: **27.02.2009**

(45) Date of publication: **27.01.2010 Bull. 3**

(85) Commencement of national phase: **20.08.2007**

(86) PCT application:
EP 2005/013540 (15.12.2005)

(87) PCT publication:
WO 2006/076953 (27.07.2006)

Mail address:
**129010, Moskva, ul. B.Spasskaja, 25, str.3, OOO
"Juridicheskaja firma Gorodisskij i Partnery",
pat.pov. S.A.Dorofeevu**

(72) Inventor(s):
P'ER Fransua-ksav'e Anri (GB)

(73) Proprietor(s):
UNILEVER NV (NL)

(54) TEA EXTRACT SOLUBLE IN COLD WATER

(57) Abstract:

FIELD: food industry.

SUBSTANCE: tea product is suggested which is soluble in cold water and its production method. Method includes extraction of the material with water to produce tea extract and removal of tea leaves from the tea extract. The tea extract without tea leaves is then concentrated, the extract is cooled, tea cream is removed from the tea extract to produce tea cream

fraction and decream tea fraction. After that the tea cream fraction is dissolved in water at 40-100°C followed by ultrafiltration causing formation of permeate and retentate and extraction of permeate.

EFFECT: tea product obtained is soluble in cold water, has good colour characteristics and the method suggested does not depend on adding any chemicals and provides acceptable yield of the product.

6 cl, 5 tbl, 2 ex

Изобретение относится к способу получения концентрированного чайного продукта, растворимого в холодной воде, из которого можно приготовить чайный напиток хорошей прозрачности и удовлетворительно цвета.

Черный чай традиционно получают окислением и сушкой недавно сорванных листьев зеленого чая. Такой чай обычно настаивают в горячей воде, после чего использованные чайные листья удаляют, и полученный горячий напиток, в который могут добавляться другие ингредиенты, широко потребляется в большинстве стран.

При приготовлении горячих водных настоев черного листового чая было установлено, что настой содержит вещества, растворимые в горячей воде, но нерастворимые в холодной воде, и такие вещества проявляют тенденцию к осаждению в ходе остывания настоя. Вещества, нерастворимые в холодной воде, включают комплексы типа полифенол-белок-кофеин (которые также называют чайными "сливками"), и обычно их количество составляет 20-20% от общего содержания сухих веществ, содержащихся в настое. Кроме того, многочисленные вещества, содержащиеся в листьях, придающие напитку уникальные органолептические свойства, лишь частично растворимы в холодной воде.

В связи с этим желательно разработать концентрированные чайные продукты, растворимые в холодной воде, из которых можно приготовить чайные напитки с хорошими органолептическими свойствами, поскольку такая операция весьма популярна из-за удобства в употреблении. Такие системы также могут использоваться для приготовления чая со льдом, причем такой напиток очень популярен в некоторых странах. Концентрированные чайные продукты, растворимые в холодной воде, могут представлять собой жидкость или могут высушиваться с получением порошков.

Было предложено несколько способов получения растворимого в холодной воде или быстрорастворимого чая. Один из наиболее распространенных способов, описанный в описании патента США 3163539 (Standard Brands Inc), включает экстракцию листьев черного чая, щелочную обработку, предназначенную для растворения твердого чайного материала, и центрифугирование с целью удаления любого оставшегося твердого чайного материала, нерастворимого в холодной воде. Такие порошки при растворении в воде дают хорошую окраску раствора, который является прозрачной системой.

Однако процесс щелочной обработки предусматривает добавление нежелательных химических веществ и существенно снижает содержание флавоноидных антиоксидантов. В связи с этим, в промышленности предпринимаются попытки замены щелочного процесса. Однако используемые альтернативные решения предусматривают добавление химических веществ или не обеспечивают достаточного выхода полезных твердых компонентов чая.

В EP 198209 A описан способ концентрации и охлаждения чайного экстракта до температуры 5-15°C с целью получения нерастворимой в холодной воде фракции чайных "сливок" (темной) и растворимой в холодной воде (светлой) фракции, из которой чайные "сливки" удалены. Фракцию чайных "сливок" отделяют и затем растворяют в теплой воде с получением второй фракции чайных "сливок" и второй фракции, из которой чайные "сливки" удалены. Две такие фракции, из которых чайные "сливки" удалены, смешивают друг с другом и сушат с получением чайного порошка, растворимого в холодной воде. Вторую фракцию чайных "сливок" выбрасывают. Лишь ингредиенты, растворимые в холодной воде, которые совместно осаждаются при первой сепарации, экстрагируются в ходе второй экстракции. Таким образом, в ходе второй стадии происходит лишь незначительное повышение выхода.

В патенте США 4639375 (Procter & Gamble) описана обработка черного чая танназой, совместно с другими ферментами, переваривающими стенки клетки, с целью получения чайных порошков, быстро растворяющихся в холодной воде.

В EP 391468 (Unilever) описан способ получения чайного порошка, растворяющегося в холодной воде, причем такой способ включает процесс с использованием танназы, но с дополнительной ультрафильтрационной обработкой экстракта. Такая обработка дополнительно уменьшает помутнение экстракта, но все еще требует использование танназы.

В EP 464919 (Unilever) указано, что в процессе сепарации чайного экстракта на темную фракцию чайных "сливок" и светлую фракцию, из которой чайные "сливки" удалены, при температуре ниже 5°C, удаление чайных "сливок" приводит в результате к получению чайного экстракта, растворимого в холодной воде. Однако даже при столь низкой температуре процесса оказалось, что фракция чайных "сливок" содержит большое количество полезных природных ингредиентов чая, которые, следовательно, теряются.

В EP 699393 A (Nestle) описан усовершенствованный способ по EP 198209 A, в котором чайные "сливки" солюбилизируют не только в воде, но также с использованными чайными листьями с первой стадии экстракции или отдельно полученным зеленым чаем. Таким образом, на второй стадии экстракции экстрагируются дополнительные сухие вещества чая, а также соосажденные ингредиенты, растворимые в холодной воде, обеспечивая повышение выхода продукта. Тем не менее, выход остается низким.

В WO 02/100184 (Unilever) предлагается способ, включающий смешивание экстракта чайного материала с анионным коллоидным материалом, в результате чего получают концентрированный чайный продукт, растворимый в холодной воде.

Таким образом, задача изобретения состоит в создании способа получения чайного экстракта, растворимого в холодной воде, обладающего хорошими цветовыми характеристиками и с небольшим помутнением или без помутнения, причем предлагаемый способ не зависит от добавления каких-либо химических веществ и обеспечивает приемлемый выход продукта.

Авторы изобретения установили, что способ, в котором концентрированный чайный экстракт разделяют на фракцию и фракцию чайных "сливок", из которой чайные "сливки" удалены, при этом фракцию чайных "сливок" отдельно растворяют в воде и подвергают ультрафильтрации, позволяет решить все указанные выше технические проблемы.

Таким образом, изобретение предусматривает способ получения чайного продукта, растворимого в холодной воде, включающий стадии экстракции чайного материала водой с получением чайного экстракта, удаление из экстракта чайных листьев, концентрацию полученного чайного экстракта, охлаждение экстракта, удаление из концентрированного экстракта чайных "сливок" с целью получения фракции чайных "сливок" и фракции, из которой чайные "сливки" удалены, растворение фракции чайных "сливок" в воде при температуре 40-100°C с последующей ультрафильтрационной обработкой растворенной фракции чайных "сливок", в результате чего получают пермеат и ретентат, и выделением пермеата.

Соответственно, в способе по изобретению не требуется добавлять какое-либо вещество, полученное не из чая.

Кроме того, настоящее изобретение также обеспечивает чайные продукты, растворимые в холодной воде, полученные и/или получаемые способом по

изобретению.

Термин «чай», используемый в описании, обозначает листовой материал, полученный из чайных растений, таких как *Camellia sinensis* var. *Sinensis* или *Camellia sinensis* var. *assamica*. Этот термин также включает чай "руибос", полученный из *Aspalathus linearis*, хотя этот материал является плохим источником эндогенных ферментирующих энзимов. Термин «чай» также включает продукт смешивания двух или нескольких чаев.

Термин «чайный материал» относится к растительному материалу. Такой материал может представлять собой свежесобранные чайные листья, причем может включать черный чай, китайский (желтый) чай или зеленый чай, низкосортный листовой чай или их смеси.

Термин «растворимый в холодной воде» относится главным образом к достаточно холодной воде, например воде с температурой около 4°C.

Термин «чайный напиток» относится к напитку, содержащему чай, находящийся в виде, подходящем для употребления потребителем.

Все части, если не указано особо, приведены в массовом выражении.

За исключением информации, приведенной в рабочих и сравнительных примерах или детально определенной как, либо иначе, все числовые значения, приведенные в описании, относящиеся к количествам или концентрациям материала, должны рассматриваться как величины, предусматривающие использование слова «около».

Для исключения неопределенности, термин "содержащий, включающий" включает в себя выражения "состоящий из" или "образованный из". Другими словами перечисленные выше стадии или опции не должны рассматриваться, как полностью исчерпывающие.

Обработанный экстракт

Концентрированные чайные продукты, растворимые в холодной воде, могут представлять собой жидкости, которые могут разбавляться с получением чайного напитка хорошей прозрачности и цвета. Согласно другому варианту концентрированные чайные продукты, растворимые в холодной воде, могут быть высушены с получением чая, быстрорастворимого в холодной воде, или готового к употреблению чайного порошка, растворимого в холодной воде, из которого может быть получен чайный напиток хорошей прозрачности и цвета.

Экстракция

Чайный материал экстрагируют в горячей воде. Чайный материал предпочтительно представляет собой недавно произведенный листовой чай. Однако можно получить концентрированный чайный продукт хорошего качества, растворимый в холодной воде, с использованием чая более низкого сорта, такого как измельченные смешанные кроны (верхушки) (funnings) черного чая. Чайный материал предпочтительно экстрагировать в воде при температуре 60-100°C, особенно при 90°C, в течение, по меньшей мере, 5 минут. Эту операцию удобно проводить в сосуде с паровой рубашкой при перемешивании содержимого.

Удаление листьев

После экстракции из чайного экстракта удаляют листья, т.е. посторонний листовый материал, такой как стебли. Такую операцию можно проводить с использованием винтового пресса с последующим пропусканием горячей жидкости через центрифугу с целью удаления мелких частиц.

Концентрирование

Чайный экстракт, лишенный листьев, содержит 2-4% растворенного твердого

чайного материала. На практике лучше концентрировать экстракт, лишенный листьев, до содержания твердого материала 8-20% (концентрированный чайный экстракт). В результате значительно понижается объем жидкости, требующийся для обработки. Любые подходящие известные устройства или процессы могут использоваться для этой цели, например теплообменник со скобленной поверхностью в виде падающей пленки.

Сепарация

На этой стадии экстракт должен находиться при низкой температуре (например, менее 35°C, более предпочтительно ниже 31°C и оптимально менее 15°C) с тем, чтобы нерастворимый в холодной воде материал осаждался и вызывал помутнение. Однако при чрезмерно низкой температуре окончательный выход фракции, из которой чайные "сливки" удалены, слишком мал. В этой связи предпочтительно, чтобы экстракт разделяли при температуре выше 1°C, более предпочтительно выше 5°C.

Далее экстракт, концентрированный при низкой температуре, центрифугируют для сепарации осадка на фракцию чайных "сливок" и фракцию без чайных "сливок". Фракция жидкости без чайных "сливок", растворимая в холодной воде, дает незначительное помутнение. Ее физически отделяют от чайных "сливок".

Согласно другому варианту сепарацию фракции чайных "сливок" и фазы без нее можно осуществлять (i) замораживанием экстракта до температуры ниже -5°C со скоростью 0,5-5°C/мин или (ii) охлаждением экстракта при температуре ниже 5°C, в течение, по меньшей мере, 5 часов.

Повторное растворение

Далее фракцию чайных "сливок" снова растворяют в воде предпочтительно при температуре 40-100°C. Предпочтительно использовать воду с температурой, близкой к точке кипения. Количество и температура воды должны быть достаточными для обеспечения растворения всех чайных "сливок" с получением немутной жидкости. Лучше всего растворять чайные "сливки" до содержания сухих веществ 1-15 вес.%.

Ультрафильтрация

Растворенную фракцию чайных "сливок" далее подают на стадию ультрафильтрации. Предпочтительная температура растворенных чайных "сливок" составляла 40-100°C. Как было обнаружено позже, пермеат с данной стадии не мутнеет при охлаждении до комнатной температуры. Далее полученный пермеат, до или после сушки/концентрирования, может быть объединен с фракцией без чайных "сливок". Согласно другому варианту, в связи с различным содержанием химических веществ, пермеат может применяться для дозирования в некоторые специальные продукты.

Ретентат может быть подвергнут необязательному повторному растворению и направлен на стадию фильтрации с получением второго пермеата, который извлекают из системы.

На предпочтительной стадии ультрафильтрации используют фильтр со среднемолекулярно-массовой отсечкой 5000 Дальтон, более предпочтительно, по меньшей мере, 20000 Дальтон, еще более предпочтительно, по меньшей мере, 50000 Дальтон. Предпочтительная точка эксклюзии (отсечения) не является чрезмерно высокой, поскольку в противном случае крупные, видимые частицы могут проходить сквозь фильтр. Таким образом, предпочтительно, чтобы фильтр характеризовался значением среднемолекулярно-массовой отсечки менее 500000 Дальтон, более предпочтительно менее 300000 и наиболее предпочтительно менее 200000 Дальтон.

Примеры

Пример 1

Получали 2,4 кг чайного экстракта, растворимого в горячей воде, содержащего 10 вес.% чайного материала по сухому веществу. Полученную систему центрифугировали при 30°C с получением 2,17 кг светлой прозрачной фракции, расположенной сверху, и 0,23 кг темной фракции чайных "сливок", находящейся внизу. Фракцию чайных "сливок" отделяли от светлой фракции путем физического удаления. Полученную фракцию чайных "сливок" далее растворяли в 2,71 кг кипящей воды. В результате получали 2,94 кг раствора, содержащего твердый чайный материал в количестве 2,545 вес.%. Растворенные чайные "сливки" пропускали через ультрафильтрационную мембрану при температуре 45°C. Ультрафильтр относился к классу фильтров в 100 Дальтон. Получали 2,6 кг пермеата с хорошим цветом, который незначительно мутнел при охлаждении до комнатной температуры.

Пермеат смешивали со светлой фракцией, не содержащей чайных "сливок", в соотношении 15:85 в расчете на сухую массу. Полученная смесь имела хороший цвет, характеризовалась незначительным помутнением и достаточными содержаниями полифенолов, чайных флавинов, кофеина и катехинов. Химический состав различных образцов анализировали методом ЖХВР на содержание чайных флавинов, катехинов и кофеина. Для определения общего содержания полифенолов использовали метод Folin-Ciocalteu.

Общий состав полифенолов

Полифенолы содержали следующие ингредиенты: чайные рубигины, чайные флавины, катехины, галловую кислоту, теогаллин, хлорогеновые кислоты.

Измерения выражали в мг/г замороженного сухого порошка.

Образец	TPP
Стандартный горячий экстракт	254
Светлый без "сливок"	212
Соотношение чайные "сливки"/ретентат	426
Соотношение чайные "сливки"/пермеат	370
Смесь 85/15*	237

* Смесь пермеата с вышеописанной светлой фракцией, из которой чайные "сливки" удалены, в соотношении 15:85.

Стандартный горячий экстракт получали в результате горячей экстракции чая низкого сорта, удаления листьев и горячего осветления полученного напитка, концентрирования и распылительной сушки.

Чайные флавины

Измерения выражали в мг/г лиофилизированного порошка.

Чайный флавин, чайный флавин-3-моногоаллат, чайный флавин-3'-моногоаллат, чайный флавин дигаллат.

Образец	TF	TF3MG	TF3' MG	TFDG	Общее содержание TF
Стандартный горячий экстракт	0,89	1,57	0,66	1,26	4,39
Светлый без "сливок"	1,32	1,07	0,46	0,61	3,45
Соотношение чайные "сливки"/ретентат	2,03	3,31	1,51	2,74	9,59
Соотношение чайные "сливки"/пермеат	2,76	2,83	1,43	2,15	9,16
Смесь 85/15	1,54	1,31	0,73	0,79	4,36

Общее содержание катехинов

Измерения выражали в мг/г лиофилизированного порошка.

Образец	EGC	Caff	Ec	Egcg	Eecg	Общее содержание
Стандартный горячий экстракт	3,52	51,21	1,87	5,40	4,93	15,72
Светлый без "сливок"	8,08	42,29	2,53	3,70	2,99	17,30
Соотношение чайные "сливки"/ретентат	2,99	46,49	1,00	1,91	2,19	8,10
Соотношение чайные "сливки"/пермеат	6,63	95,16	2,62	9,48	7,95	26,68
Смесь 85/15*	8,07	53,26	2,51	4,59	3,72	18,89

Можно видеть, что смесь может быть высоко оценена в отношении наличия полезных чайных сухих веществ.

Цвет

Различные образцы анализировали на цветовые характеристики и уровни помутнения при комнатной температуре (20°C) с использованием HunterLab Colorquest™ ХЕ, работающего в следующих условиях: режим передачи, CIE цветовое пространство, С иллюминант, угол обзора 2° и длина пробега 50 мм.

Образец	Конц. (г/л)	L*	a*	b*	Помутнение
Светлый без "сливок"	1,2	69,99	14,48	78,19	2,88
Соотношение чайные "сливки"/пермеат	1,2	45,06	37,69	75,08	2,29
Смесь 85/15	1,2	65,77	19,26	81,95	3,1

Из представленных данных видно, что добавление некоторого количества подвергнутых ультрафильтрации чайных "сливок" обратно во фракцию, не содержащую чайных "сливок", обеспечивает улучшенные цветовые свойства (например, темный и красный оттенки), что не сопровождается помутнением.

Пример 2

Пример демонстрирует преимущества способа с использованием ультрафильтрации по сравнению со способом, аналогичным описанным в EP 0 198209 A2, в котором применяется центрифугирование.

Образец А

Предварительно приготовленный чайный экстракт, растворимый в горячей воде, растворяли в воде при 95°C при содержании чайного твердого материала 10 вес.%. Полученную систему центрифугировали при 30°C с получением фракции чайных "сливок" и фракции, из которой чайные "сливки" удалены. Затем полученную нефракцию чайных "сливок" лиофилизировали с получением образца А.

Образец В

Предварительно приготовленный чайный экстракт, растворимый в горячей воде, растворяли в воде при 95°C при содержании чайного твердого материала 10 вес.%. Полученную систему центрифугировали при 30°C с получением фракции чайных "сливок" и фракции, из которой чайные "сливки" удалены. Полученную фракцию чайных "сливок" растворяли в воде при 95°C перед охлаждением до температуры 30°C и подвергали центрифугированию с образованием второй фракции чайных "сливок" и второй фракции, из которой чайные "сливки" удалены. Затем вторую нефракцию чайных "сливок" лиофилизировали с получением образца В.

Образец С

Предварительно приготовленный чайный экстракт, растворимый в горячей воде, растворяли в воде при 95°C при содержании чайного твердого материала 10 вес.%. Полученную систему центрифугировали при 30°C с получением фракции чайных "сливок" и фракции, из которой чайные "сливки" удалены. Полученную фракцию чайных "сливок" растворяли в воде при 95°C перед охлаждением до температуры 45°C и пропускали через ультрафильтрационную мембрану при температуре 45°C.

Использовали ультрафильтр класса 100 Дальтон. Полученный в результате пермеат лиофилизировали с образованием образца С.

Цвет

Каждый из образцов А, В и С растворяли в кипящей воде для обеспечения полного растворения всех сухих материалов и затем разбавляли до концентрации $1,4 \text{ г} \cdot \text{л}^{-1}$ с использованием воды комнатной температуры ($\sim 20^\circ\text{C}$). Каждый из образцов хранили при 4°C в течение 7 дней и затем анализировали их цветовые свойства и способность к помутнению. Номера цвета получали с использованием MinoltaTM СТ-310 (С иллюминант, цветовое пространство $L^*a^*b^*$, длина пробега 1 см), а номера помутнения получали с использованием НАСНTM 2100Р турбидиметра (автоматическое переключение режимов измерения, диаметр ячейки $\sim 2 \text{ см}$).

Образец	Конц. (г/л)	L*	a*	Помутнение
А (первый без "сливок")	1,4	89,13	0,07	14,4
В (второй без "сливок")	1,4	68,87	13,93	42,2
С (Пермеат)	1,4	80,58	7,20	0,65

Из полученных данных можно видеть, что использование ультрафильтрации (Образец С) значительно уменьшает степень помутнения по сравнению с использованием центрифугирования (образец В), при этом достигается улучшение цветовых характеристик.

Формула изобретения

1. Способ получения чайного продукта, растворимого в холодной воде, включающий стадии экстракции чайного материала водой с получением чайного экстракта, удаление листового материала из чайного экстракта, концентрирование чайного экстракта, не содержащего листового материала, охлаждение экстракта, удаление чайных "сливок" из концентрированного чайного экстракта с получением фракции чайных "сливок" и фракции, из которой чайные "сливки" удалены, растворение фракции чайных "сливок" в воде с последующей ее ультрафильтрацией, приводящей к образованию пермеата и ретентата, и выделение пермеата.

2. Способ по п.1, не включающий добавления какого-либо вещества, полученного не из чая.

3. Способ по п.1 или 2, в котором пермеат повторно объединяют с фракцией, из которой чайные "сливки" удалены.

4. Способ по п.1 или 2, в котором ретентат подвергают дополнительному повторному растворению и подвергают фильтрации с получением второго пермеата, который выделяют из системы.

5. Способ по п.1 или 2, в котором ультрафильтр, используемый на стадии ультрафильтрации, имеет порог отсека по средней молекулярной массе, составляющий по меньшей мере 5000 Да.

6. Чайный продукт, растворимый в холодной воде, полученный способом по любому предшествующему пункту.