



(12) 发明专利



(10) 授权公告号 CN 109068677 B

(45) 授权公告日 2021.09.17

(21) 申请号 201780026274.X

(22) 申请日 2017.04.27

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 109068677 A

(43) 申请公布日 2018.12.21

(30) 优先权数据
1607346.2 2016.04.27 GB

(85) PCT国际申请进入国家阶段日
2018.10.26

(86) PCT国际申请的申请数据
PCT/EP2017/060121 2017.04.27

(87) PCT国际申请的公布数据
W02017/186876 EN 2017.11.02

(73) 专利权人 皇家戴维艾格伯茨有限公司
地址 荷兰乌特勒支

(72) 发明人 J·C·威尔士 T·M·杰克逊
J·P·莫瓦尼 J·瑞思 W·康

(74) 专利代理机构 北京嘉和天工知识产权代理
事务所(普通合伙) 11269
代理人 甘玲 缪策

(51) Int.Cl.
A23F 5/26 (2006.01)
A23F 5/32 (2006.01)

(56) 对比文件
US 4565706 A, 1986.01.21
CN 102065700 A, 2011.05.18
CN 103096727 A, 2013.05.08

审查员 姚宇博

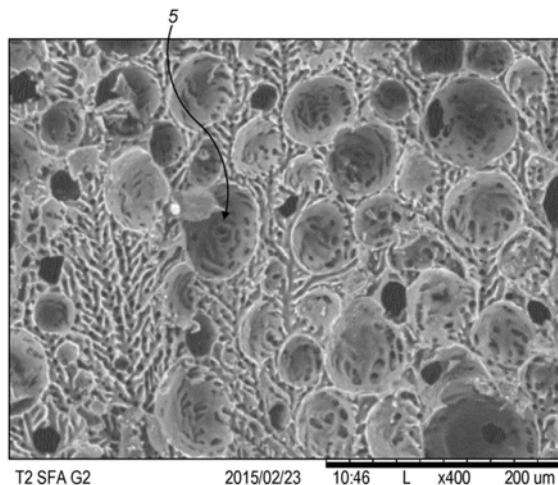
权利要求书2页 说明书16页 附图9页

(54) 发明名称

冷冻干燥的咖啡粉及其制造方法

(57) 摘要

本发明提供了一种用于制造冷冻干燥的咖啡粉的方法,所述方法包括:提供具有40重量%至55重量%的固形物的咖啡提取物;将气体以1NL/kg至5NL/kg咖啡提取物的量添加到所述咖啡提取物,以提供高于大气压的含气体的咖啡提取物;对所述含气体的咖啡提取物进行减压,以形成发泡咖啡提取物;在无剪切或存在低剪切的情况下将所述发泡咖啡提取物冷却至低于-40℃,以形成冷冻的咖啡提取物;将所述冷冻的咖啡提取物研磨成粉末;以及干燥所述粉末。



1. 一种用于制造冷冻干燥的咖啡粉的方法,所述方法包括:
提供具有40重量%至55重量%的固形物的咖啡提取物;
将气体以1 NL/kg至5 NL/kg咖啡提取物的量添加到所述咖啡提取物,以提供高于大气压的含气体的咖啡提取物;
对所述含气体的咖啡提取物进行减压,以形成发泡咖啡提取物;
在无剪切或存在低剪切的情况下将所述发泡咖啡提取物冷却至低于-40℃,以形成冷冻的咖啡提取物;
将所述冷冻的咖啡提取物研磨成粉末;以及
干燥所述粉末,
其中将所述发泡咖啡提取物冷却至低于-40℃的步骤包括:
(i) 将所述发泡咖啡提取物冷却至第一温度;
(ii) 将所述发泡咖啡提取物从所述第一温度冷却至低于所述第一温度的第二温度;以及
(iii) 将所述发泡咖啡提取物从所述第二温度冷却至低于-40℃,
其中所述第一温度比所述发泡咖啡提取物的凝固点高1℃,并且其中所述第二温度比所述凝固点低3℃,
其中步骤(ii)具有5分钟至90分钟的持续时间。
2. 根据权利要求1所述的方法,其中步骤(ii)具有5分钟至60分钟的持续时间。
3. 根据权利要求1所述的方法,其中步骤(ii)具有10分钟至30分钟的持续时间。
4. 根据权利要求1所述的方法,其中所述咖啡提取物:
(a) 具有40重量%至45重量%的固形物,并且其中所述凝固点为-5℃至-7℃;或
(b) 具有45重量%至50重量%的固形物,并且其中所述凝固点为-7℃至-8℃;或
(c) 具有50重量%至55重量%的固形物,并且其中所述凝固点为-8℃至-10℃。
5. 根据权利要求1所述的方法,其中所述咖啡提取物具有48重量%至51重量%的固形物。
6. 根据权利要求1所述的方法,其中所述低剪切为小于 50s^{-1} 。
7. 根据权利要求1所述的方法,其中所述气体选自氮气、空气、氩气、一氧化二氮和二氧化碳、或上述气体中两者或更多者的混合物。
8. 根据权利要求1所述的方法,其中在将所述气体添加到所述咖啡提取物之前,所述咖啡提取物处于至少2巴的压力。
9. 根据权利要求8所述的方法,其中在将所述气体添加到所述咖啡提取物之前,所述咖啡提取物处于至少5巴的压力。
10. 根据权利要求8所述的方法,其中在将所述气体添加到所述咖啡提取物之前,所述咖啡提取物处于10巴至250巴的压力。
11. 根据权利要求1所述的方法,其中对所述含气体的咖啡提取物进行减压涉及将所述咖啡提取物的压力降低至5巴或更小。
12. 根据权利要求11所述的方法,其中对所述含气体的咖啡提取物进行减压涉及将所述咖啡提取物的压力降低至大气压。
13. 根据权利要求1所述的方法,其中对所述含气体的咖啡提取物进行减压涉及喷雾所述含气体的咖啡提取物。

14. 根据权利要求1所述的方法,其中所述发泡咖啡提取物在所述冷却步骤之前处于大气压,并且具有500 g/L至800 g/L的密度。

15. 根据权利要求1所述的方法,其中步骤(i)和步骤(iii)各自中的平均冷却速率为至少-5°C/分钟。

16. 根据权利要求1所述的方法,其中使用传送机以连续工序的方式进行所述冷却步骤(i)、(ii)和(iii)中的一者或多者。

17. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中在保持容器中或在泵式冷却系统内进行所述冷却步骤(i)、(ii)和(iii)中的一者或多者。

18. 一种冷冻干燥的咖啡粉,所述冷冻干燥的咖啡粉用于在水中重构时提供具有至少0.25 mL/g的油沫的咖啡饮料,所述咖啡粉包括具有开口气泡和冰晶空隙并且具有小于15%的闭孔孔隙率的颗粒,其中所述开口气泡和所述冰晶空隙具有低互连性,使得当通过Hg孔隙率法测量时,在90 psia Hg的压力下实现小于92%的侵入,其中向所述颗粒中的侵入被认为在2 psia下开始。

19. 根据权利要求18所述的冷冻干燥的咖啡粉,其中所述颗粒的侵入跨度为至少2,其中当通过Hg孔隙率法测量时,所述侵入跨度被定义为:

$$\frac{(90\% \text{侵入所需的压力}) - (10\% \text{侵入所需的压力})}{(50\% \text{侵入所需的压力})}$$

其中向所述颗粒中的所述侵入被认为在2 psia下开始。

20. 根据权利要求18所述的冷冻干燥的咖啡粉,其中所述冷冻干燥的咖啡粉由可溶咖啡固形物以及任选地小于20重量%的烘焙且研磨的咖啡颗粒和/或可可粉组成。

21. 根据权利要求18至20中任一项所述的冷冻干燥的咖啡粉,其中所述颗粒具有D10为至少300微米的粒度分布。

22. 根据权利要求18至20中任一项所述的冷冻干燥的咖啡粉,其中所述冰晶空隙具有6微米至10微米的平均孔径,和/或其中所述气泡具有10微米至60微米的平均孔径。

23. 根据权利要求18至20中任一项所述的冷冻干燥的咖啡粉,其中所述开口气泡和所述冰晶空隙具有低互连性,使得在40psia Hg的压力下实现小于80%的侵入。

24. 一种冷冻干燥的咖啡粉,所述冷冻干燥的咖啡粉用于在水中重构时提供具有至少0.25 mL/g的油沫的咖啡饮料,所述咖啡粉包括具有开口气泡和冰晶空隙并且具有小于15%的闭孔孔隙率的颗粒,其中所述开口气泡和所述冰晶空隙具有低互连性,使得在40 psia Hg的压力下实现小于80%的侵入。

冷冻干燥的咖啡粉及其制造方法

[0001] 本公开涉及在重构时提供油沫 (crema) 的冷冻干燥的咖啡粉及其制备方法。具体地讲,本公开提供用于制备冷冻干燥的粉末的方法,该冷冻干燥的粉末可产生超过0.25mL/g、优选地超过0.75mL/g的油沫。

[0002] 众所周知,速溶或可溶咖啡粉有利于在家中制备咖啡饮料。本质上,速溶咖啡是烘焙、研磨咖啡的干燥水提取物。如同制备普通咖啡那样,对用于制备速溶咖啡的咖啡豆进行共混、烘焙和研磨。为了制备速溶咖啡,随后将烘焙、研磨咖啡装入称为渗滤器的柱中,在其中泵送热水,从而得到浓缩的咖啡提取物。然后干燥该提取物以生产出售给消费者的最终咖啡组合物。

[0003] 然而,普遍认为可溶咖啡粉不足以产生在咖啡馆和咖啡店中由烘焙且研磨的咖啡豆产生的丰富咖啡产品。此类咖啡馆制备的咖啡产品通过咖啡豆的剧烈提取而成,具有丰富而浓郁的风味及表面上的小泡沫油沫。油沫层是消费者所期望的,因为他们感觉与可溶咖啡饮料相比该饮料的质量有所提升。

[0004] 可溶咖啡粉一般可分成喷雾干燥的粉末和冷冻干燥的粉末,具体取决于它们制备的方式。这两种干燥技术都是本领域熟知的。喷雾干燥的咖啡粉通常被认为质量不及冷冻干燥的粉末,因为高温加工导致咖啡挥发物损失。相比之下,冷冻干燥依赖于低温和升华,因此可以保留更多挥发性咖啡芳香成分。然而,用任一干燥技术制备的常规商业可溶咖啡粉一般不会产生令人满意的油沫。

[0005] 为解决在可溶咖啡上提供油沫的问题,近年来已取得许多进展。该进展聚焦于将气体(通常为加压气体)截留在粉末内的孔中,以使得该气体在粉末溶解时释放。

[0006] 已知有多种技术能截留气体以形成油沫,但这些技术通常聚焦于喷雾干燥,因为该方法本身有助于形成闭孔。例如,EP839457描述了用于制备自发泡喷雾干燥的多孔咖啡粉的方法。在溶解时,该粉末据称会形成明显的油沫层。

[0007] 相比之下,由于冷冻干燥的升华干燥,这些颗粒具有开孔。升华会使水分损失而留下颗粒,由此产生这些开孔。

[0008] 为了提供类似于更可取的冷冻干燥的咖啡但能提供泡沫的粉末,已经多次尝试将喷雾干燥的粉末制成看起来像冷冻干燥的粉末。W02010112359描述了这样的方法,借助该方法,将多孔基础粉末烧结形成多孔厚块。然后对该厚块进行纹理化以形成颗粒状产品。在溶解时,多孔基础粉末导致泡沫层的生成。该产品是类似冷冻干燥的产品,但在市场上不可称为冷冻干燥的。

[0009] W02010115697描述了这样的方法,借助该方法,通过喷雾干燥制备多孔基础粉末。然后对该粉末进行冷烧结和冷冻干燥以形成颗粒结构,该颗粒结构在溶解时形成油沫层。

[0010] 其他制备发泡冷冻干燥的粉末的方法已尝试用喷雾干燥的粉末补充冷冻干燥的粉末,从而提供额外发泡效果。例如,W02015096972描述了这样的方法,借助该方法,部分熔化的冷冻产品使多孔粉末粘在表面上,然后对该产品进行重新冷冻和冷冻干燥。多孔粉末在溶解时提供泡沫层。该方法将相当昂贵,并且泡沫层无法与喷雾干燥的产品相比。

[0011] EP2100514描述了这样的方法,借助该方法,将多孔咖啡粉冷却,随后与部分冷冻

的咖啡提取物共混。然后在多孔粉末溶解之前冷冻该混合物。之后对冷冻混合物进行冷冻干燥。在溶解时,该产品形成油沫层。

[0012] US2013230628和US2010215818涉及用于制备速溶饮料颗粒的方法,该速溶饮料颗粒在用水重构时形成泡沫上表面。

[0013] EP1627568涉及提供用于制备速溶饮料的方法,该方法包括在足够压力下对干燥的可溶咖啡进行加热,从而迫使气体进入干燥咖啡的内部空隙中。

[0014] 所有上述公开内容都依赖于多孔粉末来递送油沫层。许多地方引用了所谓的“发泡孔隙率”,其是主要由闭孔或空隙构成(在一些情况下包括开口小于2 μ m的空隙)的颗粒体积的百分比。此外,上述方法给冷冻干燥咖啡工艺增加了相当大的复杂性和成本。

[0015] US3309779涉及使含固形物的液体脱水的方法。

[0016] GB1102587和GB1367616涉及通过在冷冻干燥之前用惰性气体对水性咖啡提取物发泡而制备的咖啡提取物粉末。GB1288758涉及利用细粉回收的类似方法。GB1199564涉及替代冷冻干燥方法。

[0017] 因此,希望提供具有实际油沫的冷冻干燥的咖啡及其制备方法和/或解决与现有技术相关的至少一些问题或至少提供现有技术的商业上可行的替代方案。

[0018] 在第一方面,提供了用于制造冷冻干燥的咖啡粉的方法,该方法包括:

[0019] 提供具有40重量%至55重量%的固形物的咖啡提取物;

[0020] 将气体以1NL/kg至5NL/kg咖啡提取物的量添加到咖啡提取物,以提供高于大气压的含气体的咖啡提取物;

[0021] 对含气体的咖啡提取物进行减压,以形成发泡咖啡提取物;

[0022] 在无剪切或存在低剪切的情况下将发泡咖啡提取物冷却至低于-40 $^{\circ}$ C,以形成冷冻的咖啡提取物;

[0023] 将冷冻的咖啡提取物研磨成粉末;以及

[0024] 干燥该粉末,

[0025] 其中将发泡咖啡提取物冷却至低于-40 $^{\circ}$ C的步骤包括:

[0026] (i) 将发泡咖啡提取物冷却至第一温度;

[0027] (ii) 将发泡咖啡提取物从第一温度冷却至低于第一温度的第二温度;

[0028] 以及

[0029] (iii) 将发泡咖啡提取物从第二温度冷却至低于-40 $^{\circ}$ C,

[0030] 其中第一温度比发泡咖啡提取物的凝固点高1 $^{\circ}$ C,并且其中第二温度比凝固点低3 $^{\circ}$ C,

[0031] 其中步骤(ii)具有5分钟至90分钟、优选地5分钟至60分钟、优选地10分钟至60分钟、最优选地10分钟至30分钟的持续时间。

[0032] 现在将进一步描述本发明。在以下章节中,将更详细地定义本发明的不同方面。除非明确指出相反,否则如此定义的每个方面可与任何其他一个或多个方面组合。具体地讲,任何被指出是优选的或有利的特征都可以与任何其他一个或多个被指出是优选的或有利的特征相组合。

[0033] 现在将相对于以下非限制性附图描述本发明,在附图中:

[0034] 图1A是常规冷冻干燥的咖啡颗粒的横截面的SEM图像。图1B是气泡5的近距离视

图,其示出了来自冰晶孔15的连接点10。

[0035] 图2A是使用本文所公开的方法制备的冷冻干燥的咖啡颗粒的横截面的SEM图像。图2B是气泡5的两个近距离视图,其示出了来自冰晶孔15的连接点10。

[0036] 图3A示出了用常规冷冻干燥的咖啡产生的油沫。图3B示出了用根据本文所公开的方法制备的冷冻干燥的粉末产生的油沫。

[0037] 图4A示出了y轴上的Hg侵入(%)对x轴上的Hg压力(Psia)(采用对数标度)的曲线图。x轴值为0.25、2.5、25和250。y轴值从0%开始以20%值递增。示出了四个曲线图,包括三种现有技术粉末和根据本公开的粉末。三角形示出了本发明的曲线图。现有技术样品I、ii和iii分别由亮圆形、暗菱形和十字形示出。根据本公开的粉末最后一个被完全注入。

[0038] 图4B示出了与图4A相同的曲线图,但采用非对数压力标度。x轴值为0、50、100、150、200和250。y轴值从0%开始以20%值递增。同样,三角形示出了本发明的曲线图。现有技术样品I、ii和iii分别由亮圆形、暗菱形和十字形示出。

[0039] 图5示出了三种现有技术粉末和根据本公开的粉末的重构咖啡饮料上的泡沫覆盖度(%)随时间(分钟)的变化。三角形示出了本发明的曲线图。现有技术样品I、ii和iii分别由亮圆形、亮菱形和暗十字形示出。

[0040] 图6示出了三种现有技术粉末和根据本公开的粉末的重构咖啡饮料的泡沫体积(mL/g)。

[0041] 图7示出了用于确定所形成的油沫体积的示例性设备。

[0042] 图8示出了着重强调本文所讨论的步骤(ii)的示例性冷却分布图的一部分。y轴是从0下降到-10的充气的冷冻咖啡提取物温度(°C)。x轴是时间(分钟-以2分钟单位递增)。A指示快速冷冻步骤(i)内的点。C表示凝固点温度,并且可以看出,存在超过该点的低过冷程度。样品在B和E(-5°C和-10°C)之间保持约25分钟,并且在C和D之间保持约15分钟。

[0043] 图9示出了本文所述方法的实际实施方案的流程图。

[0044] 该方法需要提供具有40重量%至55重量%的固形物的咖啡提取物。优选地,咖啡提取物具有45%至53%的固形物,并且最优选地48重量%至51重量%的固形物。所谓固形物,其意指提取物完全脱水时保留的以初始提取物的重量百分比计的材料量。因此,50重量%的固形物提取物含50重量%水。优选地,固形物是溶解的咖啡固形物。任选地,固形物还可含有占提取物的至多20重量%、更优选地小于15重量%并且最优选地小于10重量%的量的烘焙且研磨的咖啡颗粒和/或可可粉。然而,优选地,固形物由溶解的咖啡固形物组成。

[0045] 当固形物的水平较低时,冷冻干燥方法是高耗能的,这是由于需要去除水蒸气的量。当固形物的水平较高时,提取物中的水可能不足以形成必需的冰晶空隙结构,该冰晶空隙结构是形成发泡冷冻干燥的咖啡粉所需的。

[0046] 可通过任何所需的提取技术来制备用作该工艺中的原料的咖啡提取物。例如,可通过咖啡的逆流渗滤器提取来制备水性提取物。此类提取物可能需要经过浓缩,才能实现所需水平的可溶咖啡固形物。例如,随后例如通过蒸发或冷冻来浓缩含有10重量%至20重量%的可溶咖啡固形物的提取物,直到达到40%至55%的固体物质的浓度。当通过蒸发实现该浓缩时,可能优选的是首先从稀提取物汽提挥发性芳香烃。可任选地将由此回收的芳香烃与提取之前从研磨咖啡汽提的全部或部分芳香烃合并,然后可在干燥之前添加到浓缩的提取物中或平铺到粉末状产品上。

[0047] 根据第一步骤,将气体添加到咖啡提取物中以提供高于大气压的含气体的咖啡提取物。通常在压力下将气体注射到已经加压的提取物中。气体的压力略高于提取物的压力以防止气体添加管路中的背压。优选地,提取物处于至少5巴、优选地5巴至250巴、更优选地10巴至150巴并且最优选地50巴至100巴的压力。当在这些高压下添加该气体时,通常在直接通向下文所讨论的一个或多个喷嘴的高压管中添加该气体(即,直列式气体注射)。

[0048] 优选地,该气体选自氮气、空气、氩气、一氧化二氮和二氧化碳或它们中两种或更多种的混合物。氮气和二氧化碳惰性气体是优选的,以避免在最终粉末的储存期间咖啡风味退化。氮气是进一步优选的,因为其倾向于形成更小、更稳定的气泡。

[0049] 该气体以1NL/kg至5NL/kg咖啡提取物的量、更优选地以3NL/kg至4.5NL/kg咖啡提取物的量添加。所添加的该气体量可易于通过气体向咖啡提取物的计量添加来确定。所添加的气体量决定最终结构内的气泡结构和气泡空隙量。气体添加方法可具有不同水平的气体损失,因此,上述范围表示在仅有最少损失的情况下工艺的所需气体添加水平。对于损失更高的工艺而言,可能需要更多气体。该气体以归一化的升/千克来度量,如在1个大气压和20℃下所确定,这是由于这允许所用气体的绝对度量,而不必考虑气体添加压力。

[0050] 在压力下向已经加压的提取物中注射的替代方法是将提取物与所添加的气体混合于混合器中。合适的混合器包括高剪切混合器,诸如Mondo混合器。可在较低压力下进行该添加,且随后诸如用泵对含气体的提取物进行加压。但是,混合器将处于一定压力下以防止气体损失。根据优选实施方案,将提取物与优选如上所述类型和量的气体混合于混合器中,该混合器在1.25巴至5巴、优选地1.5巴至3巴的压力下操作。在混合后,接着用泵将含气体的提取物加压到至少5巴、优选地5巴至250巴、更优选地10巴至150巴并且最优选地50巴至100巴的压力。

[0051] 根据另外一个步骤,对含气体的咖啡提取物进行减压以形成发泡咖啡提取物。即,至少部分地释放对含气体的咖啡提取物施加的压力,使得所添加的气体膨胀以形成提取物中的多个细小气泡。因此该减压引起任何溶解气体从溶液中逸出,从而形成大量小而均匀的气泡。减压步骤涉及从上述压力降至较低压力的压力下降,通常是压力骤降。优选地,压力降至小于5巴,并且优选地降至大气压。所谓大气压,其意指泡沫不经受任何附加压力且处于开口容器中。

[0052] 优选地,在减压之前,咖啡提取物处于至少5巴,诸如5巴至250巴、优选地10巴至150巴、更优选地50巴至100巴的压力。最优选的是,咖啡提取物具有至少10倍压降(例如,从50巴降至5巴)、优选地至少50倍(例如,从50巴降至大气压)。本发明人发现,压降越大,所得泡沫越稳定。

[0053] 可通过使用孔口或喷嘴(诸如喷嘴)对含气体的咖啡提取物进行减压。喷雾技术是本领域熟知的,并且可使用任何喷嘴,诸如喷雾干燥喷嘴。在喷雾之前可进一步对含气体的提取物进行加压。优选地,在30巴至150巴的压力下通过喷嘴喷雾含气体的咖啡提取物以形成发泡咖啡提取物。

[0054] 如果发泡咖啡提取物处于大气压,则由于所添加的气体的量,提取物通常将具有500g/L至800g/L的密度。优选地,发泡咖啡提取物具有650g/L至750g/L的密度。

[0055] 优选地,充气步骤由如上所讨论的加压和减压步骤组成,且优选地气体注射到加压的提取物中。这是特别有利的,因为其提供了具有大量小气泡的稳定泡沫。所解决的问题

是在防止冰晶形成的温度下产生稳定泡沫。根据替代实施方案,如上所讨论,高剪切混合器用于产生具有平均尺寸为约5微米的气泡的稳定泡沫,诸如EP839457中所述。这种高剪切混合器通常将在至多5巴表压、优选地2巴至4巴表压、更优选地3巴至4巴表压的压力下操作。然而,该泡沫制备方法的最终产品所实现的最终泡沫水平可小于与直列式注射相关联的较高预加压水平所产生的那些泡沫水平。

[0056] 根据另外一个步骤,将发泡咖啡提取物冷却至低于 -40°C 以形成冷冻的咖啡提取物。应当理解,该步骤之前的咖啡提取物一般将处于 10°C 至 50°C 的温度以便于处理(诸如喷雾),并且室温以上的任何高温通常将是前面加工步骤的结果。可取的是,将发泡提取物直接传递到冷却容器或冷却传送带以便使任何泡沫损失最小化。

[0057] 冷却至低于 -40°C 以形成冷冻的咖啡提取物的步骤是冷冻干燥中的常规步骤。应当理解,该冷却可达到 -45°C 或更低(诸如 -50°C 或 -60°C)的最终温度。然而,与常规冷冻干燥不同,至关重要的是在不向发泡咖啡提取物施加高剪切的情况下进行该步骤。实际上,优选地,在不施加剪切的情况下执行该冷却。在另选实施方案中,可施加低剪切以改善热传递,诸如通过缓慢混合,或诸如提取物穿过简单热交换器(即,无折流板)时所经历的混合。实际上,至关重要的是在冷却步骤期间,尤其是在形成冰晶的冷却步骤期间,不对发泡咖啡提取物进行剧烈混合、搅拌、搅动或摇动。据认为,搅拌会引起大冰晶分解,从而妨碍所需的更大冰晶生长,并且似乎还会促进冰晶穿透气泡而产生更大的互连性。

[0058] 如上所指出,优选地,剪切水平为零。然而,在某些实施方案中,低剪切水平是可接受的。测量或计算剪切的方法是本领域熟知的:例如,“CFD analysis of the flow pattern and local shear rate in a scraped surface heat exchanger”*Chemical Engineering and Processing*, Yataghene et al. 47 (2008) 1550-1561 (“刮板式表面热交换器中的流型和局部剪切速率的CFD分析”,《化学工程和加工》,Yataghene等人,第47卷,2008年,第1550-1561页)讨论了SSHE中的剪切。据认为,允许的低剪切水平为小于 50s^{-1} 、优选地小于 25s^{-1} 、更优选地小于 15s^{-1} 、优选地小于 5s^{-1} 。相比之下,典型加工设备(诸如SSHE)中的剪切水平将为至少 200s^{-1} 。

[0059] 将发泡咖啡提取物冷却至低于 -40°C 的步骤通常是可按各种方式执行的连续工序。例如,可将发泡咖啡提取物喷雾到托盘中,并且诸如在传送机上或手动地在保持于不同温度下的冷却室或冷却区之间移动以控制冷却速率。另选地,可将发泡提取物保持在冷却容器中,其中该容器和内容物以受控的冷却速率冷却。另选地,可将发泡提取物穿过热交换器,使得冷却速率可得到控制。

[0060] 优选地,使用传送机以连续工序的方式进行冷却步骤(i)、(ii)和(iii)中的一者或多者。优选地,在保持容器中或在泵式冷却系统内进行冷却步骤(i)、(ii)和(iii)中的一者或多者。例如,步骤(i)和(iii)可使用传送机进行,而步骤(ii)中的缓慢冷却可依赖于冷却容器(诸如冷却鼓)以便实现最佳冷却控制。优选地,使用传送机以连续工序的方式进行所有冷却步骤(i)、(ii)和(iii)。

[0061] 在冷却容器中执行冷却步骤的情况下,优选的冷却容器是带冷却夹套的温和搅拌容器,该冷却夹套含有 -10°C 至 -16°C 的流体。为了使剪切最小化,搅拌器速度小于约15rpm,优选地小于12rpm。冷却容器中的停留时间应至少包括步骤(ii)所限定的所需冷却时间。

[0062] 执行将发泡咖啡提取物冷却至低于 -40°C 的步骤,使得当其至少在咖啡提取物的

凝固点区域中冷却时,出现发泡咖啡提取物的缓慢受控冷却。这确保了受控晶体生长。一般来讲,提取物被冷冻后,冷却至凝固点的速率不是特别重要,只是快速冷却对工业工艺体积较为有用。

[0063] 如本文所用,术语“凝固点”旨在与等同的冷冻咖啡提取物的熔点同义。应当理解,全部提取物冷冻的精确温度可能不总是与熔融温度完全相等,具体取决于冷却速率。然而,特定提取物的熔点可更易测量。此外,本文所述方法的目的是提取物在非常接近凝固点/熔点温度处冷冻。

[0064] 因此,冷却发泡咖啡提取物的步骤可被视为三个单独步骤。这些步骤包括将提取物冷却至第一温度的第一步骤,该第一温度比发泡咖啡提取物的凝固点高1℃;将发泡咖啡提取物从第一温度冷却至第二温度的第二受控冷却步骤,该第二温度低于第一温度,且比凝固点低3℃;以及然后将发泡咖啡提取物从第二温度冷却至低于-40℃的第三步骤。受控的第二冷却步骤具有5分钟至90分钟、优选地5分钟至60分钟、优选地10分钟至60分钟、更优选地10分钟至30分钟并且最优选地20分钟至30分钟的持续时间。如果冷却过快,则冰晶尺寸不足。如果冷却非常缓慢(步骤(ii)持续超过60分钟,长于90分钟时肯定也是这样),则冰晶可生长得太大以致颗粒的结构完整性受损,从而引起更快溶解。优选地选择5分钟至30分钟,因为这能在商业可行的冷冻时间实现优选的产品质量。然而,据认为,30分钟至90分钟、优选地30分钟至60分钟的步骤(ii)冷冻时间段将产生相当的产品性能。应当注意,当考虑连续冷冻工艺(诸如冷却的低剪切搅拌容器)时,步骤(ii)持续时间是指所述温度下充气提取物在容器中的停留时间。

[0065] 优选地,第一冷却步骤和第三冷却步骤中的冷却速率将为至少-5℃/分钟,优选地至少-10℃/分钟。该步骤可在热交换器中或在冷冻传送带上实现,从而不在冷却步骤(i)中形成冰晶。应当理解,第一步骤和第三步骤中的冷却也可与第二冷却步骤邻接的温度下的缓慢受控冷却。

[0066] 咖啡提取物的凝固点根据提取物中所含的可溶咖啡固形物的水平而变化。凝固点可通过DSC确定,并且文献中有详细记载。当咖啡提取物具有40重量%至45重量%的溶解的咖啡固形物时,凝固点为-5℃至-7℃。当咖啡提取物具有45重量%至50重量%的溶解的咖啡固形物时,凝固点为-7℃至-8℃。当咖啡提取物具有50重量%至55重量%的溶解的咖啡固形物时,凝固点为-8℃至-10℃。

[0067] 第二冷却步骤中的冷却速率通常将小于-1℃/分钟,优选地小于-0.5℃/分钟。进行该缓慢冷却速率是为了促进少量较大晶体的生长。较快冷却将存在形成许多较小晶体的风险。该缓慢冷却在低过冷程度下实现,该低过冷程度是所需晶体生长的驱动力。过冷反映了提取物在冷冻之前达到低于其凝固点的温度的程度。通过在冷却期间使用不比提取物冷得多的冷却剂来实现低过冷水平。优选地,在完成冷冻之前提取物的温度不会达到低于凝固点1℃以上。图8中示出了显示过冷的冷却分布图的示例;温度最初降至低于凝固点,使得该体系内存在过冷程度,这提供了冰晶自发成核所需的驱动力,因为冰晶开始形成并生长,然后提取物的温度因熔化焓而升高。

[0068] 可在步骤(ii)期间优选地使用冷却剂实现缓慢冷却,诸如采用热交换器。如本领域所知,产品流所经历的壁温将不等于冷却剂温度,并且将取决于热交换器的壁厚、结构材料的热导率以及冷却剂的流态。作为指南,冷却剂优选地具有不低于-16℃的温度,并且优

选地比凝固点低7℃以下,更优选地比凝固点低5℃以下。显然,冷却剂在步骤(ii)期间不能高于凝固点,否则不会实现晶体生长。使用温度非常接近凝固点的冷却剂有助于促进冰晶生长,而不会在冷却剂与提取物之间的界面处(诸如在热交换器或结晶器界面处)出现过冷。当使用传送机或传送带时,冷却剂可采取冷却的气流形式;在这种情况下,可计算热传递(其为空气温度和速度的函数)以避免过冷。

[0069] 一旦将发泡咖啡提取物冷却至低于-40℃以形成冷冻的咖啡提取物,就使用常规方法研磨并干燥冷冻的咖啡提取物以形成冷冻干燥的咖啡粉。

[0070] 例如,一旦冷冻,就可获得连续刚性片形式的提取物,然后可将该连续刚性片粉碎成适合研磨的碎片。例如,可将这些碎片研磨到优选地在范围0.5mm至3.5mm内的粒度。研磨技术是本领域熟知的。

[0071] 通过升华来干燥研磨的冷冻粉末。例如,这可在常规冷柜中、装载到例如25mm的层厚的托盘上进行。冰晶的升华在<1毫巴的高真空下实现,并且一般持续至多7小时。之后,可根据需要填充该产品。

[0072] 本发明人已发现,在压力下向提取物中添加气体引起了气体增溶以及气泡结构改变。这连同具有低剪切或优选地无剪切的新冷冻工艺一起产生了新冰晶结构。该组合引起了泡沫性能的意外提升。

[0073] 不希望受理论约束,据认为该充气 and 冷却方法确保没有冰的过早成核。此外,新冷却方法在步骤(ii)冷冻工艺期间防止了高过冷程度。高过冷程度引起了冰晶成核的高驱动力、快速成核速率以及小平均晶体尺寸。因此,通过控制该过冷步骤,该新冷冻方法允许在缓慢冷冻步骤期间大冰晶的生长。该改变的冰晶结构与由气体增溶形成的新气体结构相组合以提供新微观结构。该结构减少了冰晶孔与气泡之间的互连(参见图1B和图2B)。这继而似乎减缓了水进入到该结构中,从而允许离散气泡在溶解期间稳定地释放,随后通过溶解咖啡物质来稳定这些气泡。因此,气体以受控方式释放以产生泡沫层,而不是如现有技术产品中所发生的那样在重构时过早流失到大气中,在现有技术产品中,可看到大气穴快速离开正溶解的咖啡颗粒。

[0074] 实际上,本发明方法产生了真正冷冻干燥的产品,通过操纵内部颗粒结构,允许其递送油沫层。这通过操纵气泡和冰晶微观结构,改变颗粒如何溶解来实现。令人惊讶的是,已经发现,即使“发泡孔隙率”小于15%(即,小于15v%闭孔,参见表4)或小于10%,这些颗粒也能提供所需的油沫层。这与现有技术中采用的方法相矛盾。

[0075] 传统上,在冷冻干燥咖啡工艺中,咖啡提取物使用刮板式表面热交换器(SSHE)冷却,并且通过鼓入气体并施加剪切运动以分散气体来充气。SSHE在短停留时间(诸如小于5分钟)内实现了高冷却水平。由于热传递限制,使用SSHE需要低冷却剂温度以在可用停留时间内实现所需冷却。这点的作用是在热交换表面处引起高过冷程度,使得许多小冰晶在热交换表面处成核。在SSHE内,表面刮刀从表面去除这些晶体并将它们混合到咖啡提取物的本体中。此外,SSHE内用于分散气体的高剪切转子还会引起冰晶的分解,从而进一步减小平均尺寸并将它们混合到整个液体中。因此,SSHE破坏了气泡的结构,导致更多的互连性。据推测该剪切运动在部分冷冻的高粘度发泡提取物中会引起冰晶穿透气泡。该新冷冻方法去除该成核和混合工艺,并且似乎会促进冰晶在气泡周围的生长,而不是允许冰晶贯穿气泡,如现有技术产品中所见(参见图1B和图2B)。

[0076] 此前已进行了许多尝试以影响咖啡提取物中的冰晶生长。这点的许多示例制定了使产品颜色变深的目标。US3682650描述了这样的方法,借助该方法,将咖啡提取物快速冷冻到低于冰点,然后保持在-6.7℃至-10℃以实现>0.5mm的冰晶生长,从而允许提取物的冷冻浓缩。

[0077] W02013064893A1描述了这样的方法,该方法用于形成预冷冻的中间体咖啡提取物,随后将其与烘焙且研磨的咖啡共混。该专利提及在结晶槽中保持在-6℃至-10℃以允许冷冻提取物中的冰晶生长。

[0078] US3443963描述了这样的方法,在该方法中,使用冰晶引晶和搅拌来防止会引起小冰晶的过冷,将咖啡提取物快速冷却至低于冰点并在-3.9℃至-12℃保持10分钟,从而产生深色成品。

[0079] US3373042描述了这样的方法,在该方法中,将咖啡提取物冷冻到-6.7℃至-9.4℃以产生含冰量,从而产生深色成品。然后将冷冻提取物挤出到冷冻传送带上。

[0080] US3438784描述了这样的方法,在该方法中,使咖啡提取物发泡,然后缓慢冷冻以产生深色产品,特别是具有不规则、无序冰晶形态的产品。这处于未充气的体系中,但提到了可使用充气来控制密度。

[0081] US4565706描述了这样的方法,在该方法中,将咖啡提取物冷却至低于0℃,然后添加气体,之后将气体与提取物混合。随后将该冷冻的充气提取物在传送带上进一步冷冻。

[0082] 咖啡提取物的充气也是熟知的。通常,在喷雾或冷冻干燥之前将空气、CO₂或N₂与咖啡提取物混合以控制密度。在冷冻干燥中,通常在与冷冻相同的时间或刚好在冷冻之后注射气体,这是为了在二次传送带冷冻步骤之前产生稳定泡沫。该气泡结构通常通过使用剪切产生,一般在SSHE内产生。

[0083] EP2194795描述了在喷雾干燥之前对咖啡提取物充气的方法。将提取物加压到50巴至400巴,注射气体并使气体溶解,最后通过喷嘴释放压力以在咖啡小滴内形成细小气泡结构。

[0084] US3749378描述了用于制备发泡咖啡提取物的方法。在此使用新型气体混合装置在喷雾干燥或冷冻干燥之前改善气体混合。

[0085] EP839457描述了在喷雾干燥之前对咖啡提取物充气的另选方法。该方法涉及将气体添加到咖啡提取物,然后使用高剪切混合器将气泡尺寸减小到低于5微米。然后在喷雾干燥之前将充气提取物送至高压泵。

[0086] US3682650描述了这样的方法,借助该方法,将氮气注射到SSHE中以控制密度。该气体随后聚结形成冷冻提取物中的大气泡,目的在于形成深色产品。

[0087] 这些文献中的任一文献都未提出在不施加剪切力(诸如混合)的情况下冰晶在充气咖啡提取物中的缓慢生长。

[0088] 根据一个优选方面,本文所述方法包括以下步骤:

[0089] 在高剪切混合器中提供优选地在5℃至15℃下具有45重量%至50重量%的固形物的咖啡提取物;

[0090] 将气体以1NL/kg至5NL/kg咖啡提取物的量添加到高剪切混合器中的咖啡提取物中,以提供1.5巴至3巴的压力下的含气体的咖啡提取物;

[0091] 将含气体的咖啡泵送到一个或多个喷嘴,由此喷雾之前的提取物压力为50巴至

100巴的压力，

[0092] 通过所述一个或多个喷嘴喷雾含气体的咖啡提取物，以使提取物减压并且形成优选地大气压下的发泡咖啡提取物；

[0093] 在无剪切或存在低剪切的情况下将发泡咖啡提取物冷却至低于-40℃，以形成冷冻的咖啡提取物，

[0094] 将冷冻的咖啡提取物研磨成粉末；以及

[0095] 干燥该粉末，

[0096] 其中将发泡咖啡提取物冷却至低于-40℃的步骤包括：

[0097] (i) 任选地在储存罐中将发泡咖啡提取物冷却至第一温度；

[0098] (ii) 优选地在结晶器中将发泡咖啡提取物从第一温度冷却至低于第一温度的第二温度；以及

[0099] (iii) 将发泡咖啡提取物从第二温度冷却至低于-40℃，

[0100] 其中第一温度比发泡咖啡提取物的凝固点高1℃，并且其中第二温度比凝固点低3℃，

[0101] 其中步骤(ii)具有10分钟至30分钟的持续时间。

[0102] 图8中示出了该优选实施方案的示例，其中方框对应如下：

[0103] A:提供5℃-15℃下含45重量%至50重量%的固形物的浓缩咖啡提取物。

[0104] B:提供氮气源。

[0105] C:在1.5巴至3巴和10℃至20℃下将气体和提取物混合于Mondo混合器中。

[0106] D:10℃-20℃下的储存罐。

[0107] E:将提取物升高到35℃至40℃以降低粘度的加热器。

[0108] F:将压力升高到50巴至100巴的高压泵。

[0109] G:将混合物在大气压下喷雾到储存罐中

[0110] H:将混合物冷却到-3℃至-5℃，目标-5℃。

[0111] I:将混合物保持在低至-8℃的结晶器中，其中结晶器优选地包括低速搅拌器以减少结晶器的内表面上的结晶。

[0112] J:将冷却的混合物传递到冷冻传送带以使用-50℃的空气进行快速冷冻。

[0113] K:咖啡的研磨、过筛和干燥(升华)。

[0114] 根据另外一个方面，提供了冷冻干燥的咖啡粉，该冷冻干燥的咖啡粉用于在水中重构时提供具有至少0.25mL/g、优选地至少0.75mL/g的油沫的咖啡饮料，该咖啡粉包括具有开口气泡和冰晶空隙且具有小于15%、优选地小于10%的闭孔孔隙率的颗粒，其中开口气泡和冰晶空隙具有低互连性，使得当通过Hg孔隙率法测量时，在90psia Hg的压力下实现小于92%的侵入，其中向颗粒中的侵入被认为在2psia下开始。

[0115] 优选地，当通过Hg孔隙率法测量时，该粉末在90psiaHg的压力下显示出小于90%的侵入，其中向颗粒中的侵入被认为在2psia下开始。通常，该侵入达到70%至92%，并且更有利地80%至90%。与现有技术相比的低侵入表示低互连性，这会使溶解更缓慢并增加泡沫产生。

[0116] 优选地，当通过Hg孔隙率法测量时，实现80%侵入所需的压力为至少45psia，更优选地至少50psia，其中向颗粒中的侵入被认为在2psia下开始。

[0117] 本发明人还发现了使用“侵入跨度”来表征粉末的颗粒的内部结构的良好方式。当通过Hg孔隙率法测量时,侵入跨度被定义为:

$$\frac{(90\% \text{侵入所需的压力}) - (10\% \text{侵入所需的压力})}{(50\% \text{侵入所需的压力})}$$

[0119] 其中向颗粒中的侵入被认为在2psia下开始。优选地,该跨度为至少2、更优选地2至10并且最优选地约3至约8。

[0120] 优选地,这些颗粒具有至少50%、优选地60%至80%并且最优选地60%至70%的开孔孔隙率。

[0121] 也可评估低互连性,使得当通过Hg孔隙率法测量时,在40psia Hg的压力下实现小于80%的侵入,其中向颗粒中的侵入被认为在0.3psia下开始。优选地,在45psia Hg的压力下实现小于80%的侵入。优选地,在47.5psia Hg的压力下实现小于80%的侵入。

[0122] 根据另外一个方面,提供了冷冻干燥的咖啡粉,该冷冻干燥的咖啡粉用于在水中重构时提供具有至少0.25mL/g、优选地至少0.75mL/g的油沫的咖啡饮料,该咖啡粉包括具有开口气泡和冰晶空隙且具有小于15%、优选地小于10%的闭孔孔隙率的颗粒,其中开口气泡和冰晶空隙具有低互连性,使得在40psia Hg的压力下实现小于80%的侵入。在该方面,Hg侵入的操作压力为0.3psia至60,000psia。应当理解,该方面的每一点可同样应用于上述方面。

[0123] 优选地,上述方面中讨论的产品可通过本文所述的方法获得。

[0124] 如本文所讨论的文献中所证实,冷冻干燥的咖啡粉是本领域熟知的。该术语具有进一步的商业限制,使得只有通过这种技术生产时产品才可标记为冷冻干燥的。本文所讨论的方法是使最终粉末完全冷冻干燥这样的技术。

[0125] 优选地,根据本文所述的方法来制造这些颗粒。

[0126] 可易于通过检查SEM图像来确定气泡和冰晶空隙。气泡通常具有倒圆的平滑表面,而冰晶空隙具有尖角并且通常具有枝晶形式。据信与常规冷冻干燥的粉末相比,本文所述的冷冻干燥的咖啡粉具有减少的孔互连性。即,虽然所形成的冰晶的确会刺穿粉末中的气泡并使这些气泡互连,但这些颗粒内存在更少连接。这意味着最终产品产生了所需的油沫。本发明人已发现,可以通过使用汞孔隙率法来鉴别可实现这种所需油沫水平的冷冻干燥的粉末。

[0127] 优选地,咖啡粉由可溶咖啡固形物及任选地小于20重量%的烘焙且研磨的咖啡颗粒和/或可可粉组成。更优选地,咖啡粉仅由可溶咖啡固形物的颗粒组成。因此,不包含其他材料,诸如奶精或糖。

[0128] 优选地,这些颗粒包括开孔,其中基本上所有开孔具有至少5微米的平均直径。可通过检查SEM图像来确定孔尺寸。

[0129] 优选地,这些颗粒具有D10为至少300微米的粒度分布。通过激光衍射法(诸如使用Helos干式系统)或通过干法筛分来测量粒度分布。此类测量技术是本领域熟知的。

[0130] 优选地,这些开孔包括多个冰晶孔和多个气泡,其中冰晶孔具有6微米至10微米的平均孔径,和/或其中气泡具有10微米至60微米的平均孔尺寸。可通过观察由产品样品拍摄的代表性SEM图像来测量这些尺寸。

[0131] 为了利用SEM图像计算孔尺寸,切割3个咖啡颗粒以露出内部结构,然后将这些颗

粒以内表面面朝上的方式粘在粘合剂表面上,再放到SEM中。可使用任何可解析低至1微米的孔的市售SEM机器。在400x放大倍率下为每个颗粒拍摄一张照片。然后分析该图像。气孔被认为主要是球形孔。冰孔被认为主要呈棱角状或树枝状的形状(即,最长直径比最短直径大得多,诸如至少2:1)。该测量中包括存在于其他孔内的孔(主要是与气孔相交的冰孔)。为了测量这些孔的尺寸,在最长侧面上进行该测量。该照片中的所有孔被指定为气孔或冰孔,并且该组3个图像中每种孔类型的数值平均值被当作每种孔类型的平均孔尺寸。

[0132] 测量油沫

[0133] 现有技术冷冻干燥的咖啡粉由于具有开孔体系,被认为不能够形成油沫。这在下表1中得到证实,该表将使用本文所公开的粉末实现的油沫与三种现有技术粉末进行比较。

[0134] 表1

[0135]	样品	泡沫体积 (mL/g)	泡沫覆盖度 T = 0 分钟 (%)	泡沫覆盖度 T = 2 分钟 (%)	泡沫覆盖度 T = 5 分钟 (%)
	本发明样品 (实施例 1)	0.875	99.5	98.9	98.5
	现有技术 i	0.18	90.3	37.6	26.6
	现有技术 ii	0.10	96.4	23.7	9.4
	现有技术 iii	0.05	56.2	6.9	4.7

[0136] 在这些示例中,油沫水平被测量为在用200mL的85℃去离子水在容器中重构4g咖啡时形成的总泡沫。这提供了2%的咖啡浓度。

[0137] 泡沫体积

[0138] 图7中示出了用于促进泡沫体积测量的设备。用200mL的85℃去离子水在容器中重构4g咖啡。将量筒放置在重构容器的顶部上的垫圈上并且夹持在适当位置。逐渐打开贮存器与容器之间的阀门,迫使油沫层向上进入量筒中。当全部油沫位于量筒的标度内时,关闭阀门并且从该标度(精确到1d.p)读取油沫体积。贮存器优选地装有室温或室温以下的水。所有测量重复进行三次并且取平均值,精确到1d.p。

[0139] 优选地,所产生的油沫的量为至少0.4mL/g,更优选地至少0.5mL/g,更优选地至少0.7g/mL,并且更优选地0.25mL/g至2.5mL/g,最优选地0.75mL/g至1.5mL/g。

[0140] 覆盖度

[0141] 可使用照片编辑软件估计泡沫覆盖度。使用该技术,将饮料表面的照片转换为黑白色,并且可读取黑白色的相对峰高,从而提供泡沫覆盖度的百分位数。为了确定随时间推移的覆盖度,以0分钟、2分钟和5分钟的间隔拍摄三张照片。应单独使用咖啡粉,即在不存在奶的情况下测量油沫覆盖水平,因为这会影响该方法的精确度。

[0142] 另选地,可使用至少10×10规则网格使该表面近似于覆盖和非覆盖的正方形,通过检查来确定百分比覆盖度。

[0143] 孔隙率

[0144] 这些颗粒具有小于15%、优选地小于10%、优选地小于5%的闭孔孔隙率并且最优选地基本上没有闭孔孔隙率。

[0145] 可通过以下方法测量闭孔体积。

[0146] 总颗粒体积(V_t)由咖啡基质(V_m)、闭孔(V_c)和开孔(V_o)组成。

[0147] 对于给定质量的咖啡而言,可直接使用来自文献的咖啡基质的密度的已知值来计

算咖啡基质的体积。速溶咖啡通常具有1.488g/mL的基质密度。因此,比体积简单地为密度的倒数或0.672mL/g。

[0148] 接下来,需要测量闭孔体积。为此,需要通过以下方式测量材料的骨架密度(g/cm^3):使用氦比重瓶(Micromeritics AccuPyc 1330)测量已称重的量的粉末或颗粒的体积,并将重量除以体积。骨架密度为密度的度量,所述密度包括存在于对大气密封的颗粒中的任何空隙的体积,并排除颗粒之间的间隙体积和存在于通向大气的颗粒中的任何空隙的体积。还通过在用研钵和研杵研磨以去除所有内部空隙或使所有内部空隙通向大气后测量粉末或颗粒的骨架密度来得出密封空隙的体积(本文称为闭孔体积)。该类型的骨架密度(本文称为真实密度(g/cm^3))是包括粉末或颗粒的仅固体物质的实际密度。闭孔体积 V_c (cm^3/g)由骨架密度倒数(cm^3/g)减去真实密度倒数(cm^3/g)而确定。

[0149] 接下来,需要测量开孔体积,为此,使用汞孔隙率法(参见下一节中的方法)。一旦建立了侵入曲线,就可对此进行分析,从而给出开孔的体积的值。忽略低于2psi时的侵入(相当于大于100微米的孔尺寸),因为这些空隙被认为是间隙空隙(由SEM图像确证)。接下来,由高于2psi的侵入压力引起的侵入体积被认为等于样品中的开孔的总体积。

[0150] 优选地,这些颗粒具有至少50%、优选地60至80%并且最优选地60%至70%的开孔孔隙率。

[0151] 可通过下式计算闭孔孔隙率:

[0152] 闭孔孔隙率($\%$)= $V_c/(V_c+V_m+V_o)$

[0153] 还已知的是,测量孔尺寸小于2微米的开孔并且将这些开孔与闭孔相加,从而得到所谓的“发泡孔隙率”。EP2194795中讨论了合适的测量方法。总侵入体积减去在100psi侵入压力(相当于2 μm 的孔尺寸)以下发生的侵入体积,得到来源于开口小于2 μm 的孔的侵入体积($V_{o<2\mu\text{m}}$)。

[0154] 因此,可通过下式计算“发泡”孔隙率:

[0155] “发泡”孔隙率($\%$)= $(V_c+V_{o<2\mu\text{m}})/(V_c+V_m+V_o)$

[0156] 优选地,本文所讨论的冷冻干燥的粉末具有小于25%、更优选地小于20%的发泡孔隙率。

[0157] 汞孔隙率法

[0158] 汞孔隙率法涉及在递增压力下对汞向样品中的侵入的分析。一旦样品的孔被完全填充,压力的升高就不会使体积进一步减小。本发明人已发现,可通过检查孔中的汞侵入量来定量低互连性。一旦已获得汞孔隙率法曲线图,就可以测量不同压力值下的侵入程度并且确定不同侵入水平所需的压力。

[0159] 本发明人已发现,侵入为孔结构所特有,并且已考虑了40psia和90psia Hg压力下的侵入以及下面讨论的侵入跨度。虽然典型冷冻干燥的粉末几乎被40psia下的Hg完全渗透,但本文所述的粉末仅实现了小于80%的渗透。这证实Hg难以渗透低互连性的颗粒。必须注意,这不是闭孔孔隙率的结果,闭孔孔隙率会作单独评估。

[0160] 如上所指出,汞孔隙率法也可用于评价微观结构。使用MicroActive AutoPore V 9620版本(美国佐治亚州诺克斯的麦克公司(Micromeritics Inc.Norcross,GA,USA))分析本文所述的样品。该机器使用99.999%纯度的汞,并且对前进和后退条件应用140度的汞接触角和480达因/ cm^2 的表面张力。Hg侵入的操作压力为0.3psia至60,000psia。可在该压

力下测得的孔径在1000 μm 至0.00356 μm 的范围内。

[0161] 本发明人已发现,当基线被当作2psia时,Hg侵入的测量结果最可靠。这有助于忽略任何颗粒间空隙空间,否则该颗粒间空隙空间可导致测量结果的非期望差异。下表2和表3中的结果示出了该差异。因此,优选地,向颗粒中的侵入被认为在2psia下开始(如在表2中)。根据次优选的实施方案,该侵入被认为在0.3psia下开始(如在表3中)。可从相同汞孔隙率法曲线图中计算出任一基线的值。

[0162] 在测试之前,在室温下对标称样品质量为0.15g的样品进行10小时真空脱气。

[0163] 为进行测试,精确称量0.1g至0.4g的样品并将其填充在针入度计(体积为3.5mL,颈或毛细管主干直径为0.3mm,并且主干体积为0.5mL)中。

[0164] 在将针入度计插入到低压端口后,以1.1psia/min对样品抽真空,然后切换到0.5psia的中速和900 μmHg 的快速。抽真空目标为60 μmHg 。达到目标后,在填充Hg之前继续抽真空5分钟。

[0165] 在设定时间平衡(set-time equilibration)下进行测量。即,测量采集数据时的压力点以及在设定时间平衡(10秒)模式下在该压力下的流逝时间。在该压力范围下收集约140个数据点。

[0166] 可使用侵入曲线图来评判咖啡颗粒的内部结构。如上所提及,汞孔隙率法覆盖从约1000微米下至亚微米范围的宽泛孔尺寸范围。从SEM图像可获知,咖啡粉中的孔的直径小于100微米。当评判粉末的内部结构时,在2psia以上发生的侵入似乎与100微米的孔尺寸相关。

[0167] 图4示出了本发明和3种现有技术产品的整个侵入曲线图(%总侵入)。很明显,当与填充现有技术产品的内部结构所需的压力相比时,需要更大压力来填充本发明的内部结构。不希望受理论约束,据推测这是由于本发明中的孔的互连减少,即在现有技术产品中,存在填充内孔的许多路线,而在本发明中,存在填充内孔的相对较少路线,因此在本发明中,需要汞经过尺寸不断减小的孔,才能填充所有孔空间,这就需要升高的压力。

[0168] 表2

[0169]	样品	80%侵入时的 Hg psia (2psia 基线)	90psi 下的侵入% (2psia 基线)	泡沫 (mL/g)	跨度
	实施例 1	53.2	91.4	0.875	2.27
	实施例 6	33.57	90.62	1	4.35
	实施例 7	67.43	83.9	1.05	7.55
	实施例 8	32.82	89.4	0.9	5.7
	实施例 9	50.42	88.7	0.65	2.96
	现有技术 i	40.1	96.6	0.18	1.35
	现有技术 ii	39.5	97.6	0.1	1.87
	现有技术 iii	41.3	94	0.05	1.82

[0170] 参照表2,下面作为完全工作实施例更详细描述了实施例1。根据以下实施例5中的方法建立了实施例6-9,但具有下列附加变化。在实施例6中,转移到结晶器容器的充气提取物的温度为+5 $^{\circ}\text{C}$ (即,相对温暖)。在实施例7中,结晶器的夹套中的冷却剂温度为-10 $^{\circ}\text{C}$ 。在实施例8中,结晶器容器中的搅拌器的速度为12rpm。在实施例9中,在将提取物馈送入高压泵中之前,使用“Mondo”混合器添加 N_2 ,并且在冷冻步骤之前的泡沫密度为780g/L。

[0171] 下表3中的实施例示出了在将0%侵入视为0.3psia下的值(即,0.3psia基线)时的结果。

[0172] 表3

[0173]	样品	80%侵入时的 Psia (0.3psia 基线)	90Psi 下的总侵入体积% (0.3psia 基线)
	实施例 1	47.97	93.0
	现有技术 i	37.98	98.3
	现有技术 ii	34.00	99.2
	现有技术 iii	35.94	99.1

[0174] 表4

[0175]	样品	闭孔体积(%)	开孔体积(%)	直径<2 微米的 开孔体积(%)	发泡孔隙率(%)：闭孔 与<2 微米的开孔之和
	实施例 1	3.09	67.29	4.80	7.89
	现有技术 i	6.44	64.73	1.36	7.80
	现有技术 ii	1.93	65.72	0.08	2.01
	现有技术 iii	1.70	69.70	0.96	2.66

[0176] 但是,由于主要为开口结构,难以使用传统方法(诸如显微计算机X射线断层扫描)表征本文所述冷冻干燥的咖啡粉的内部孔尺寸。本领域已知的X射线断层扫描方法依赖于“封闭”该结构来给出统计数据。在这种情况下,这是不适当的,因为其会引起冰晶孔的细节丢失。汞孔隙率法虽然能给出内部结构的一些特征的指示,但也不适用于计算平均孔尺寸,这是由于该计算中所使用的模型的限制。例如,在汞孔隙率法中,基于不相交的圆柱形孔的模型由孔体积数据的连续元来计算总孔面积。

[0177] 表面积测量

[0178] 孔面积数据应谨慎对待并且不应与BET表面积值混淆,该BET表面积值对于比较目的而言更可靠。已使用N₂吸附来反映平均孔尺寸。更高的表面积指示更小的内孔。

[0179] 表5

[0180]	样品	BET表面积 (m ² /g)
	本发明(实施例1)	0.4257
	现有技术i	0.3511
	现有技术ii	0.4003
	现有技术iii	0.3787

[0181] 假定密度恒定,BET表面积反映了平均孔尺寸。此处本发明表现出比现有技术更高的内表面积。SEM图像已显示,与现有技术中相比,冰晶孔在本发明中更大。因此,可合理假定,与现有技术中相比,本发明中的平均气泡尺寸更小。这是由新充气方法引起的,因此认为该充气方法是本发明的关键部分。

[0182] Micromeritics TriStar II Plus (3020) 用于通过体积法收集氮气吸附数据。在分析之前,通常在室温下对1g样品进行至少10小时真空脱气。

[0183] 将样品称量到样品管中,使得提供足够用于分析的样品。作为分析程序的一部分,使用氦气(N5级)自动地测量自由空间。在低温温度下进行分析:77K液氮。在BET范围(大约

0.05至0.30)内的相对压力下收集氮气吸附数据。

[0184] 通过检查吸附等温线和BET变换图来选择应用于BET表面积报告的相对压力范围。包括所收集的数据点,以使得BET变换图在BET范围内呈线性(在样品类型容许的情况下),并且C值为正。在可能的情况下,寻找0.999或更好的变换图相关系数。应用于上述样品的标称BET范围为0.05-0.20。

[0185] 现在将相对于以下非限制性实施例描述本发明。

[0186] 实施例1

[0187] 将常规逆流渗滤装置上制备的罗布斯塔(Robusta)咖啡提取物浓缩至50质量%固形物。将提取物加热至35℃并且馈送入高压泵中。将提取物的压力升高至50巴。在压力下将N₂以4.5NL/Kg的量注射到提取物中。使加压的气化提取物穿过静态混合器以减小气泡的尺寸,从而确保N₂气将基本上溶解在提取物中。使具有溶解气体的提取物穿过喷雾系统SK系列喷嘴(67/20)以实现压力降至大气压。所得发泡提取物具有710g/L的密度。将发泡提取物放入托盘中,并且将温度为-35℃的冷空气吹到发泡提取物的表面上以将发泡提取物快速冷却至-5℃。当达到-5℃时,关闭风扇并且使提取物在35分钟的时间段内缓慢冷却至-11℃。含50质量%固形物的咖啡提取物的凝固点为大约-7.5℃。因此,提取物的温度在约25分钟的时间段内介于比凝固点高1℃至比凝固点低3℃之间。当达到-11℃时,再次开启风扇并且在另10分钟内将发泡提取物的温度降低至-35℃。将托盘进一步冷却至-50℃。随后在冷冻干燥之前研磨并筛分冷冻的发泡提取物。使用泡沫体积设备测试所得产品。冷冻干燥的颗粒产生3.5mL(0.875mL/g)的泡沫体积。

[0188] 实施例2

[0189] 将常规逆流渗滤装置上制备的罗布斯塔(Robusta)咖啡提取物浓缩至50质量%固形物。将提取物加热至35℃并且馈送入高压泵中。将提取物的压力升高至50巴。在压力下将N₂以4.2NL/Kg的量注射到提取物中。使具有溶解气体的提取物穿过喷雾系统SK系列喷嘴(67/20)以实现压力降至大气压。所得发泡提取物具有640g/L的密度。将发泡提取物放入托盘中,然后放入受控温度冷冻器中。将冷冻器环境温度设定为-35℃以快速冷却至-5℃,一旦咖啡温度达到-5℃,就将环境室温设定为-12℃,并且在30分钟后,咖啡温度记录为-10.5℃,随后将冷冻器的温度设定为-35℃以进一步冷冻充气咖啡提取物。最后,将充气的冷冻咖啡提取物的托盘转移到-50℃冷室。含50质量%固形物的咖啡提取物的凝固点为大约-7.5℃。提取物的温度在28分钟的时间段内介于比凝固点高1℃(大约-6.5℃)与比凝固点低3℃(大约-10.5℃)之间。将托盘转移到冷室并进一步冷却至-50℃以完成冷冻。随后在冷冻干燥之前研磨并筛分冷冻的发泡提取物。使用泡沫体积设备测试所得产品。冷冻干燥的颗粒产生4.2mL(0.775mL/g)的泡沫体积。

[0190] 实施例3(比较例)

[0191] 将常规逆流渗滤装置上制备的罗布斯塔(Robusta)咖啡提取物浓缩至50质量%固形物。将提取物加热至35℃并且馈送入高压泵中。将提取物的压力升高至50巴。在压力下将N₂以4.3NL/Kg的量注射到提取物中。使加压的气化提取物穿过静态混合器以减小气泡的尺寸,从而确保N₂气将基本上溶解在提取物中。使具有溶解气体的提取物穿过喷雾系统SK系列喷嘴(67/20)以实现压力降至大气压。所得发泡提取物具有715g/L的密度。将发泡提取物放入托盘中,然后放入环境温度为-50℃的冷室中以快速冷却发泡提取物。将产品一直存放

到其达到约-45℃的温度。含50质量%固形物的咖啡提取物的凝固点为大约-7.5℃。提取物的温度在4.5分钟的时间段内介于比凝固点高1℃(大约-6.5℃)与比凝固点低3℃(大约-10.5℃)之间。随后在冷冻干燥之前研磨并筛分冷冻的发泡提取物。使用泡沫体积设备测试所得产品。冷冻干燥的颗粒产生0.5mL(0.125mL/g)的泡沫体积。

[0192] 实施例4

[0193] 将常规逆流渗滤装置上制备的罗布斯塔(Robusta)咖啡提取物浓缩至50质量%固形物。将提取物保持在35℃下并且馈送入“Haas Mini Mوندومكس”中。将N₂气注射到混合器中并将膨胀率(overrun)设定为87%，且混合头速度为1200rpm。Mini Mondo内的压力为2.8巴。离开Mini Mوندومكس的发泡提取物的温度为38℃。所得发泡提取物具有640g/L的密度。在大气压下将发泡提取物放入托盘中，然后放入受控温度冷冻柜中，在此将其快速冷却至-5℃的温度。然后将冷冻器的环境温度设定为-12℃以允许提取物缓慢冷却经过冰形成点，并且在30分钟后，咖啡温度记录为-11℃，随后将冷冻器的温度设定为-35℃以进一步冷冻充气咖啡提取物。最后，将充气的冷冻咖啡提取物的托盘转移到-50℃冷室。含50质量%固形物的咖啡提取物的凝固点为大约-7.5℃。提取物的温度在25分钟的时间段内介于比凝固点高1℃(大约-6.5℃)与比凝固点低3℃(大约-10.5℃)之间。随后在冷冻干燥之前研磨并筛分冷冻的发泡提取物。使用泡沫体积设备测试所得产品。冷冻干燥的颗粒产生2.35mL(0.59mL/g)的泡沫体积。

[0194] 实施例5

[0195] 将常规逆流渗滤装置上制备的罗布斯塔(Robusta)和阿拉比卡(Arabica)咖啡提取物共混物浓缩至48质量%固形物。将提取物加热至35℃并且馈送入高压泵中。将提取物的压力升高至50巴。在压力下将1.05质量%N₂注射到提取物中。使加压的气化提取物穿过喷雾系统SK系列喷嘴(67/20)达到大气压。所得发泡提取物具有640g/L的密度和34℃的温度。将发泡提取物泵送穿过具有-5℃乙二醇温度的热交换器以将提取物快速冷却至0℃。当提取物已快速冷却时，接着将其转移到由乙二醇夹套槽和内部刮刀组成的结晶器容器。将乙二醇温度设定为-12℃，并且将表面刮刀的速度设定为10rpm。在90分钟的时间段内将发泡提取物在结晶器中缓慢冷却至-7.5℃的温度。随后，从容器取出提取物并放在托盘上。将托盘中的提取物鼓风冷冻至-50℃。提取物的温度在33分钟的时间段内介于比凝固点高1℃(大约-6.5℃)与比凝固点低3℃(大约-10.5℃)之间，其中大约30分钟处于结晶器中并且3分钟处于鼓风冷冻器中。随后在冷冻干燥之前研磨并筛分冷冻的发泡提取物。使用此前所述的泡沫体积设备测试所得产品。冷冻干燥的颗粒产生3.8mL(0.95mL/g)的泡沫体积，以及制备时100%、2分钟时100%及5分钟后66.4%的覆盖度。

[0196] 还评估了该实施例的产品的孔隙率，观察到以下值：

[0197] 表6

[0198]	样品	开孔孔隙率	闭孔孔隙率	发泡孔隙率	总孔隙率
	实施例5	66.95%	2.58%	8.47%	69.53%

[0199] 除非另外指明，否则本文的所有百分比均按重量计，并且所有压力均为绝对压，而非表压。

[0200] 虽然本文已详细描述了本发明的优选实施方案，但本领域技术人员应当理解，可在不脱离本发明或所附权利要求的范围的前提下对其作出改变。

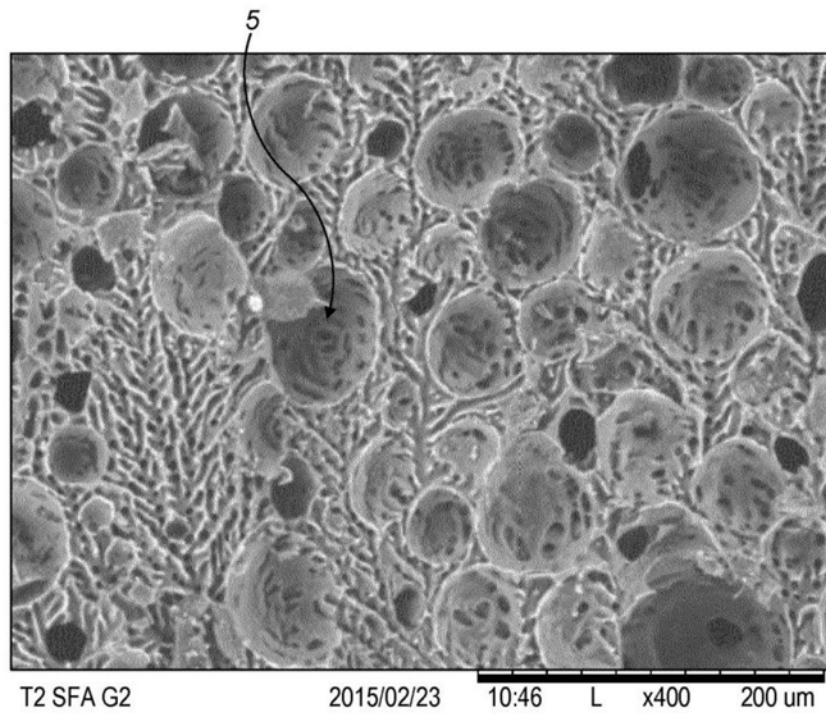


图1A

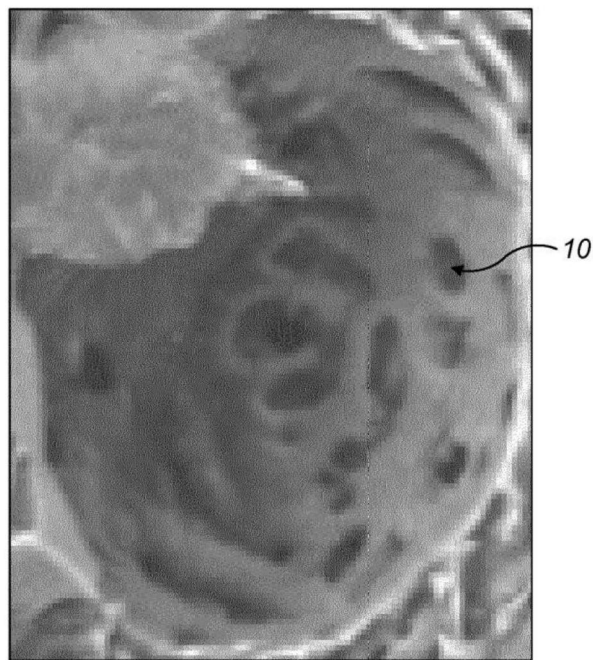


图1B

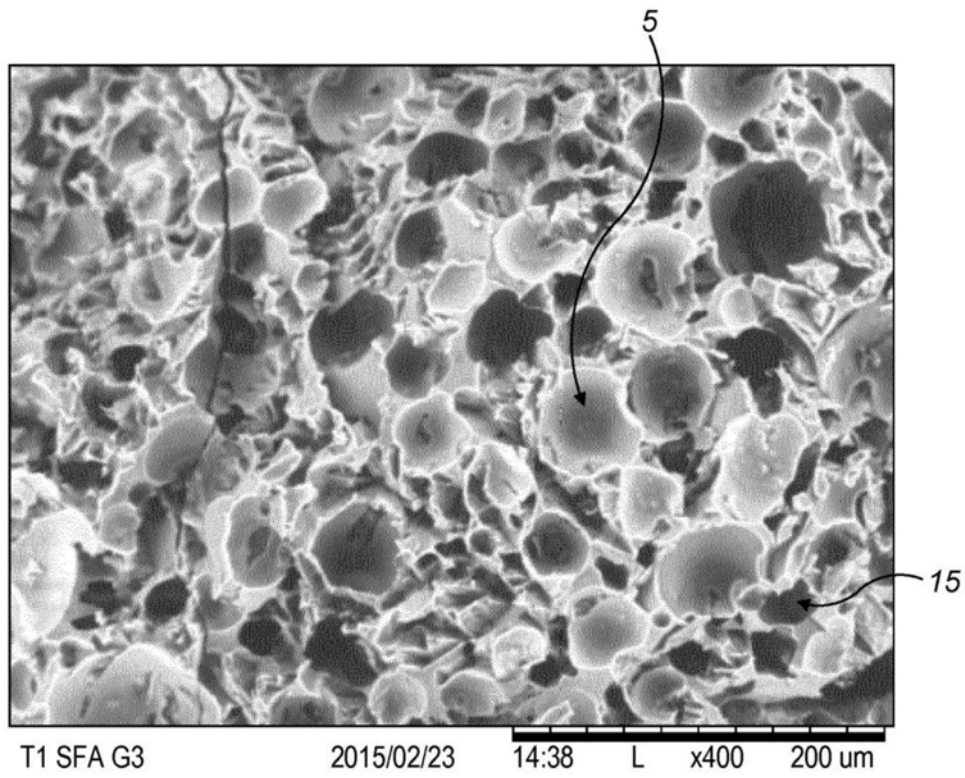


图2A

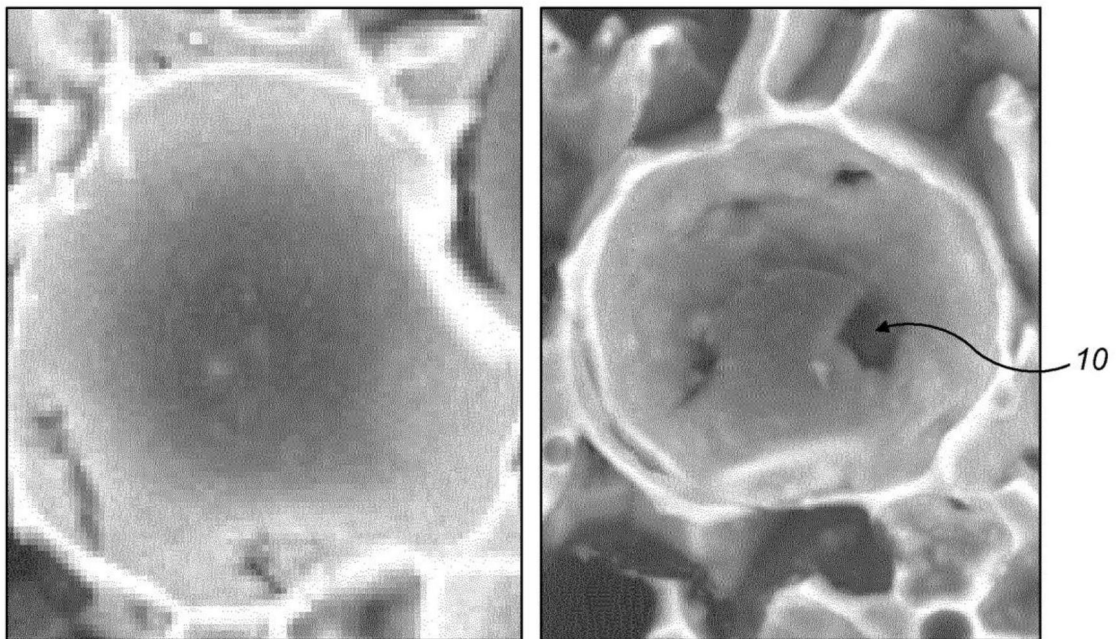


图2B



图3A



图3B

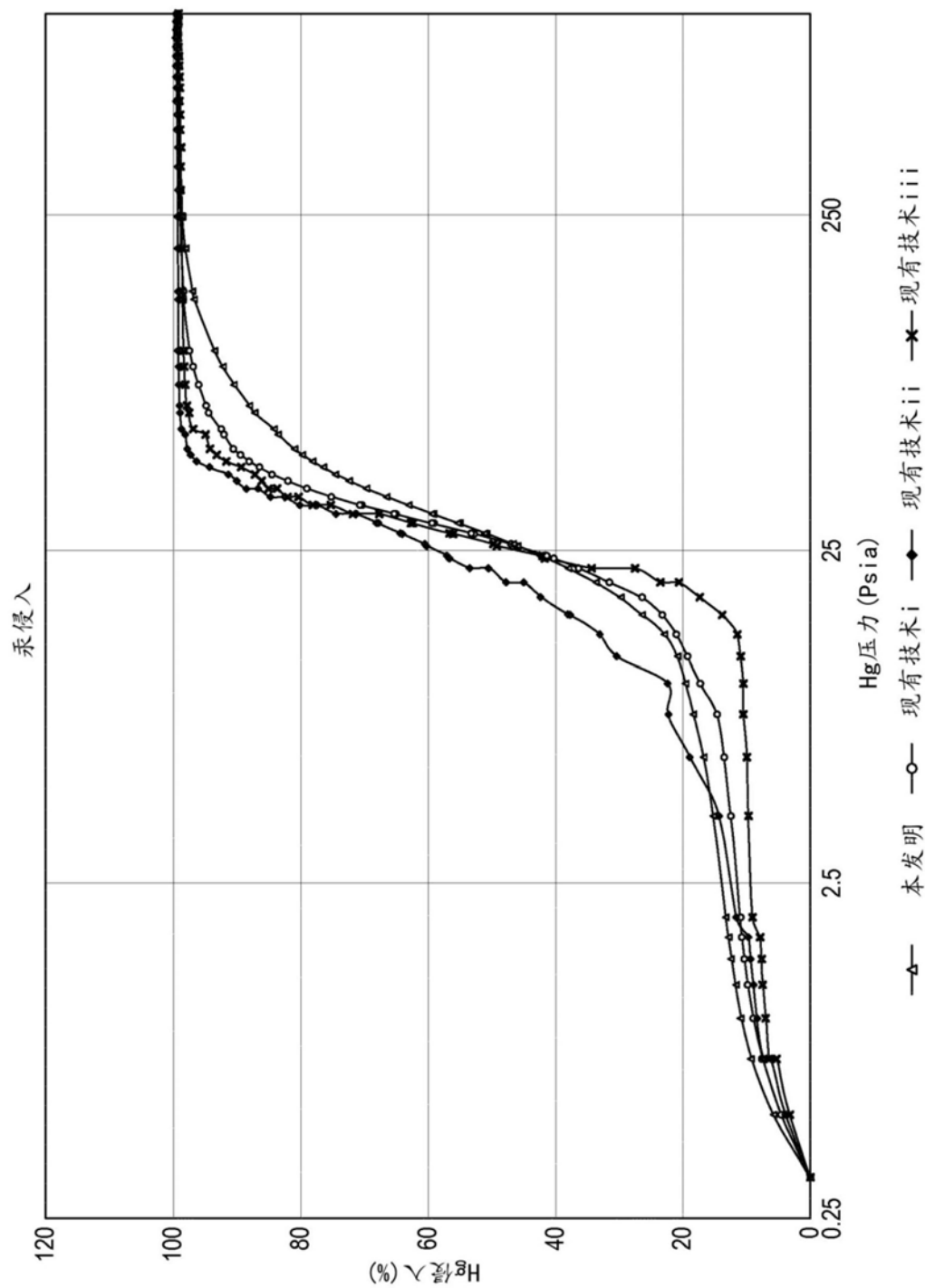


图4A

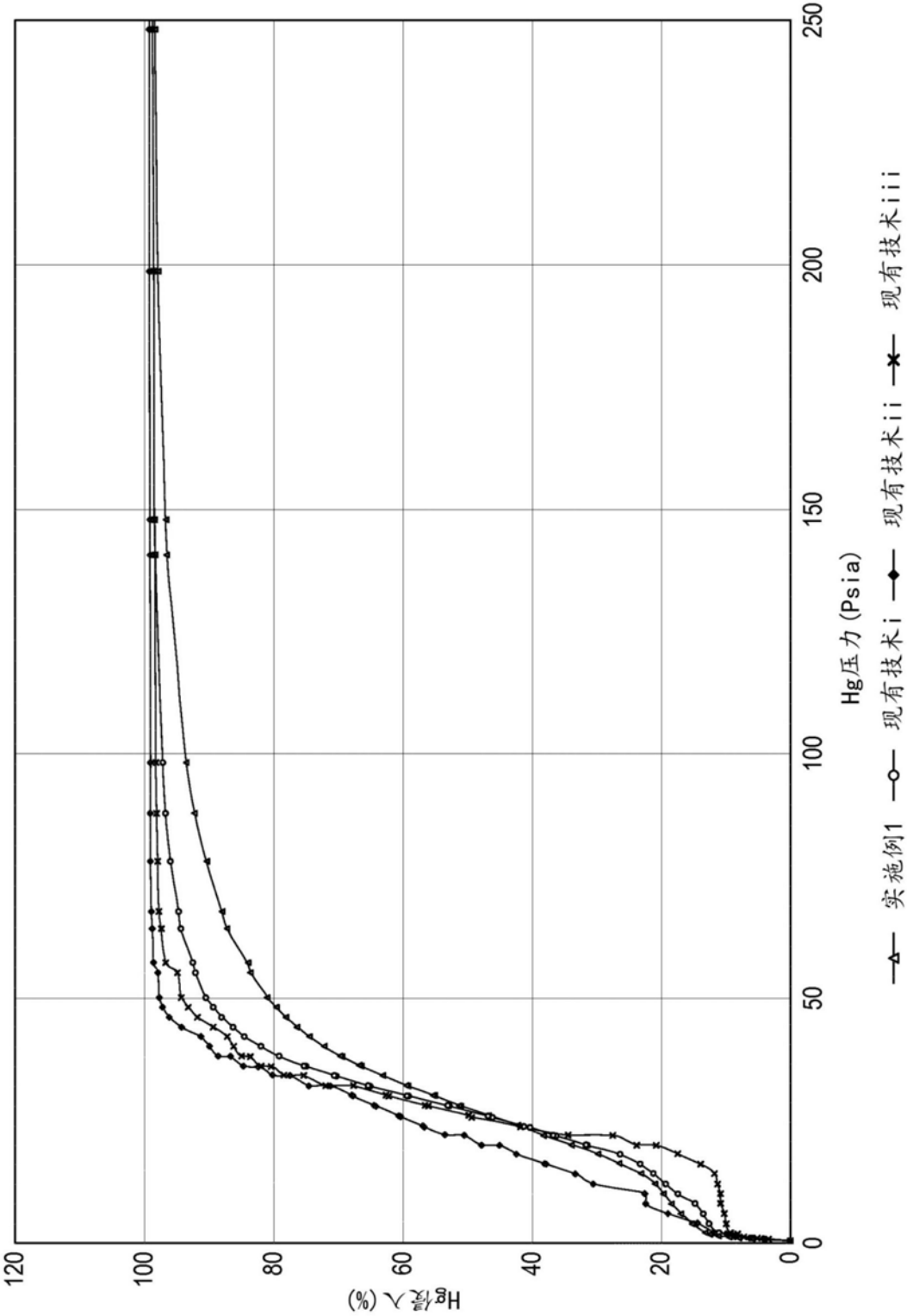


图4B

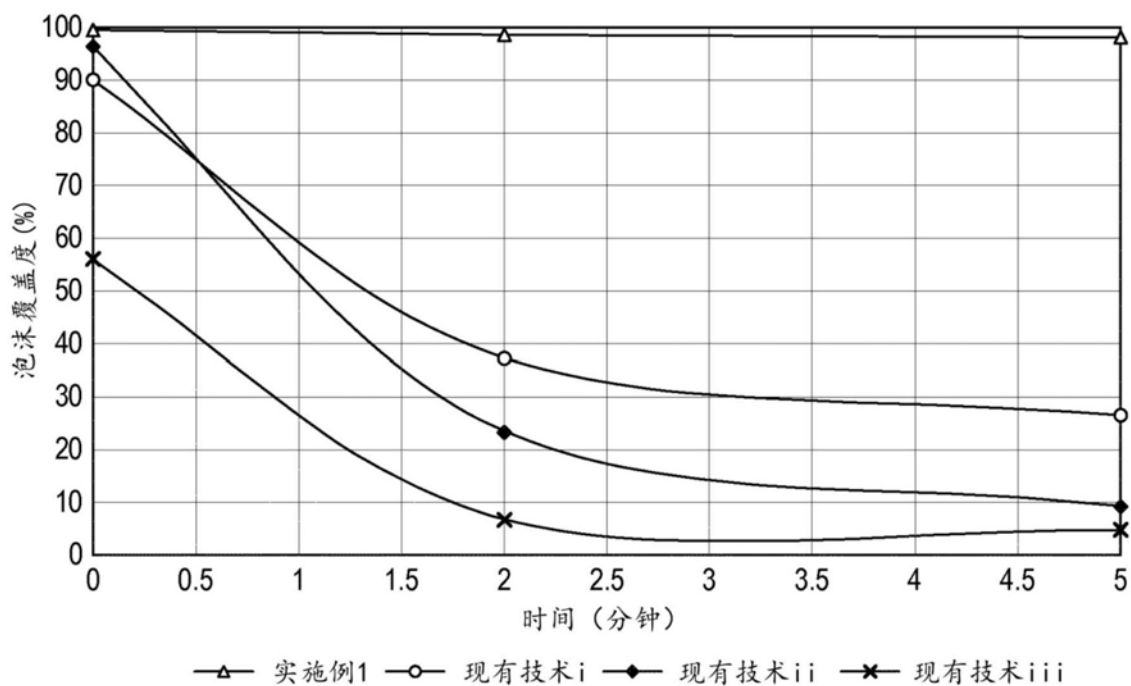


图5

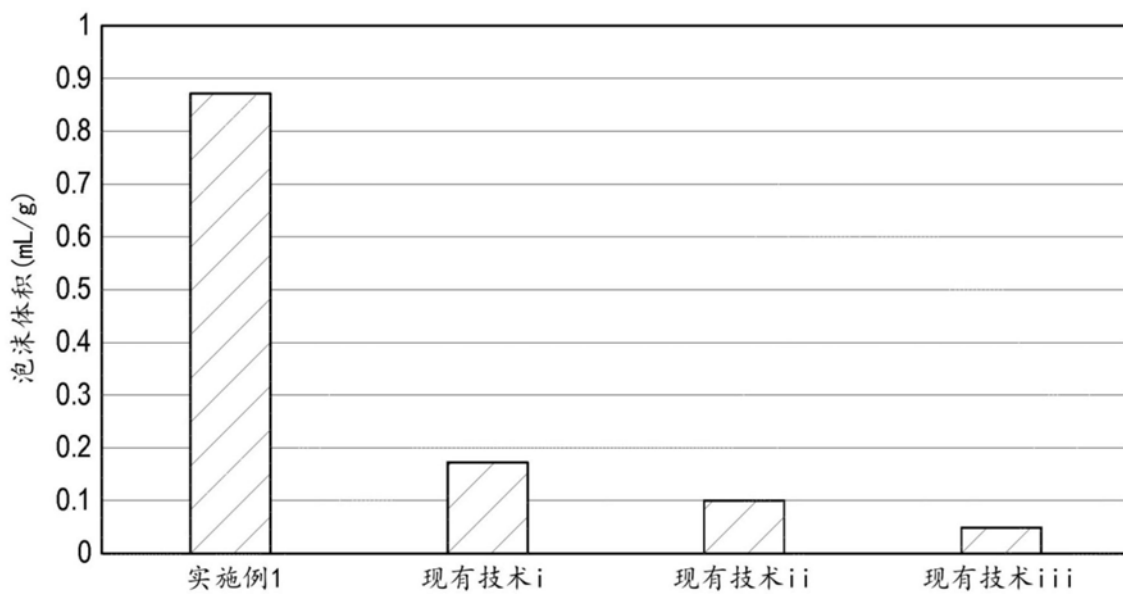


图6

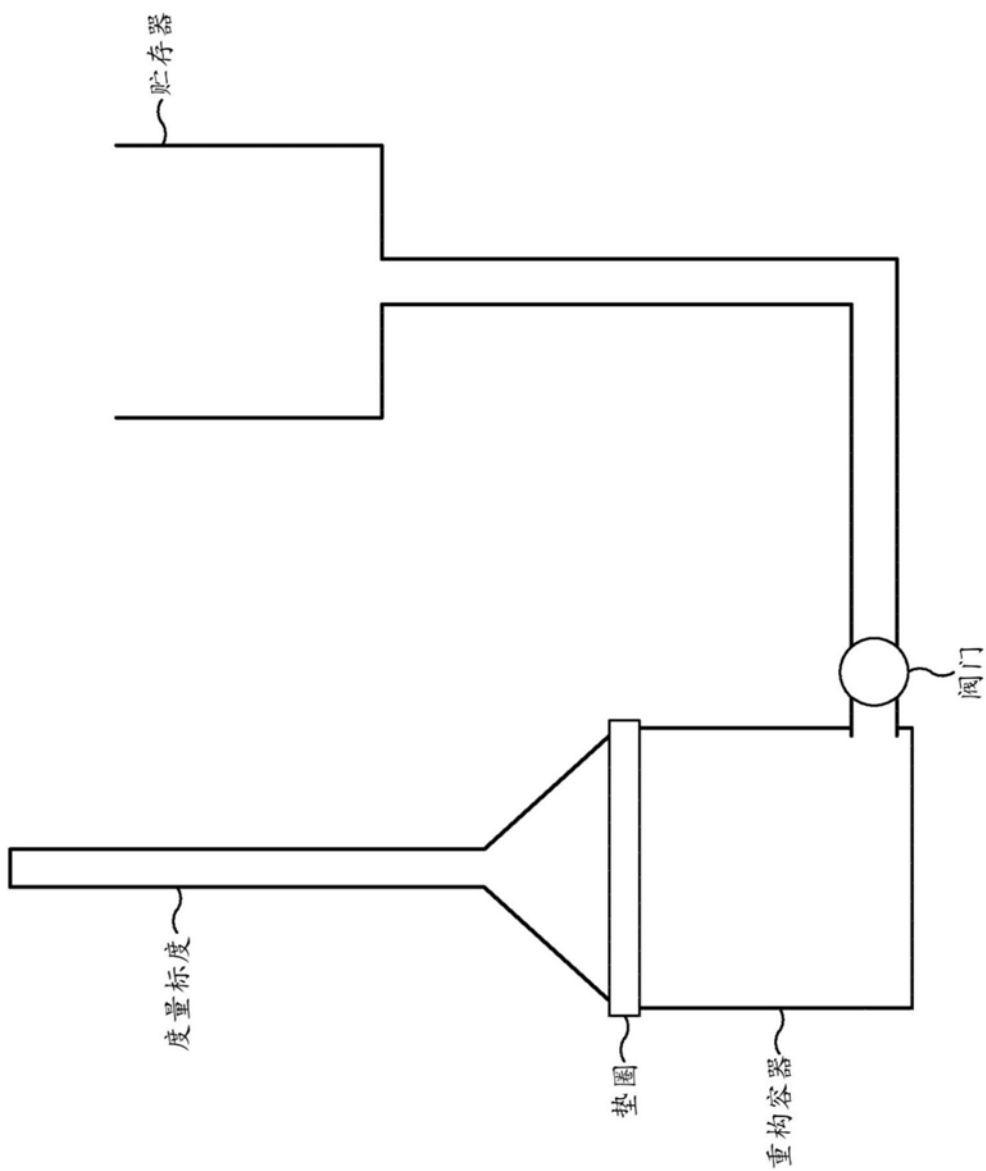


图7

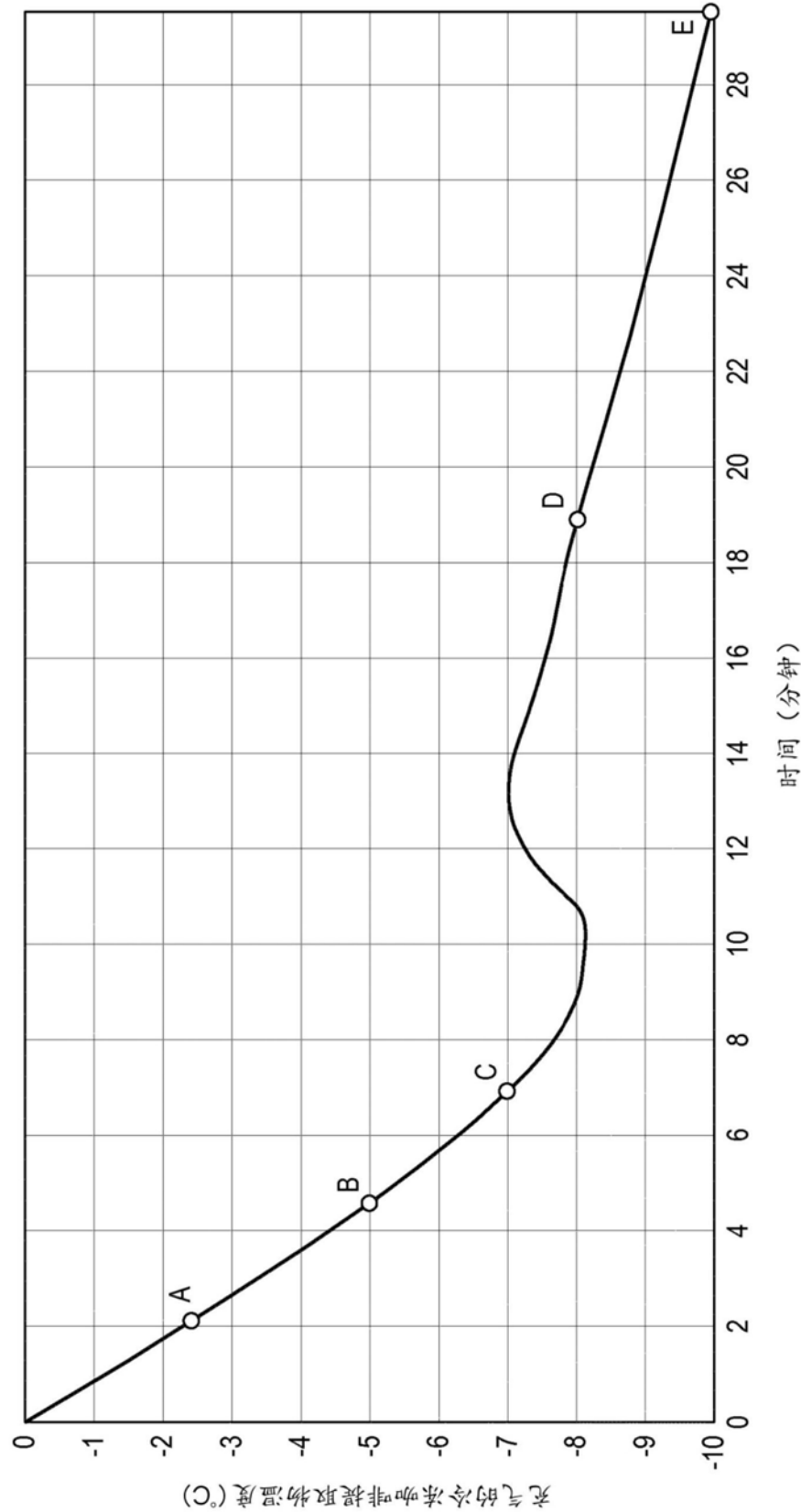


图8

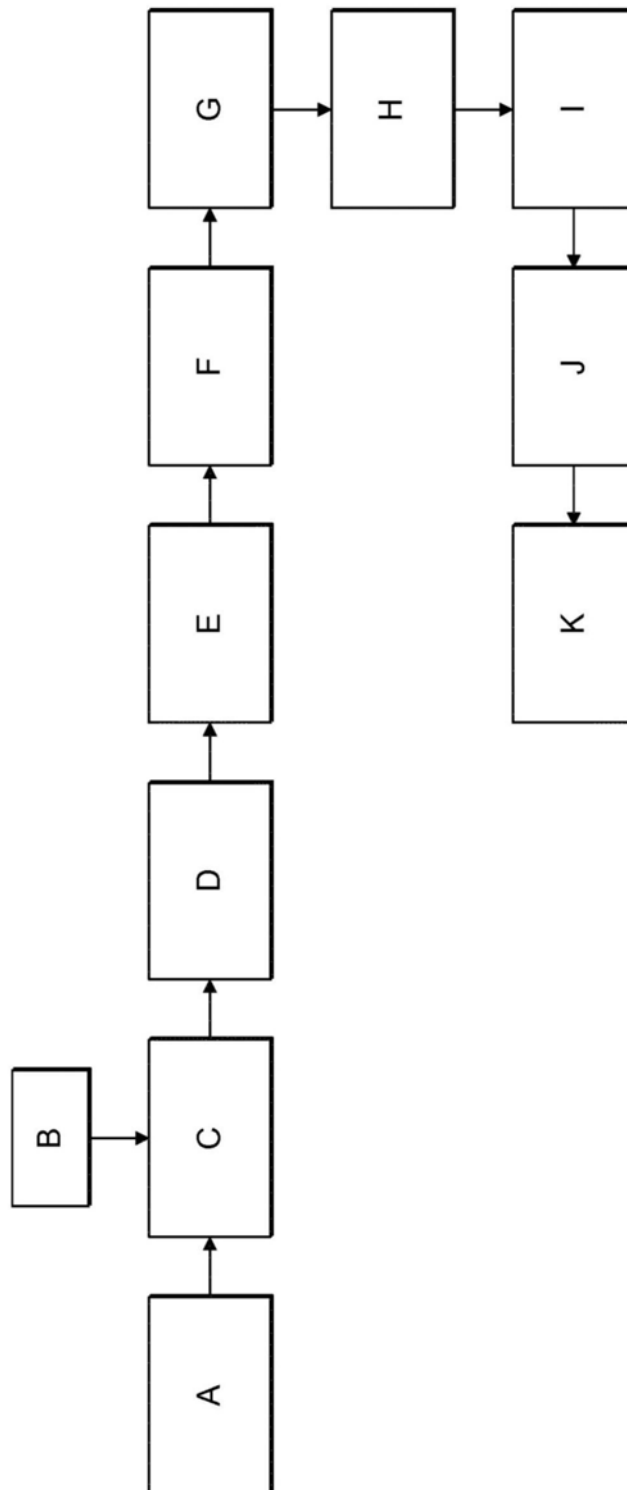


图9