

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
4. März 2004 (04.03.2004)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2004/017761 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: A23L 1/22, 1/39

(74) Anwalt: **KECK, Stephan**; Eisenführ, Speiser & Partner,
Martinistrasse 24, 28195 Bremen (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2002/008677

(81) **Bestimmungsstaaten (national):** AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(22) Internationales Anmeldedatum:

3. August 2002 (03.08.2002)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(71) **Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): DRAGOCO GERBERDING & CO. AG** [DE/DE];
Dragocostrasse 1, 37601 Holzminden (DE).

(84) **Bestimmungsstaaten (regional):** ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(72) **Erfinder; und**

(75) **Erfinder/Anmelder (nur für US): KUMLEHN, Dieter** [DE/DE]; Einbecker Strasse 30, 37603 Holzminden (DE). **VATTEROTT, Wolfgang** [DE/DE]; Rebenring 13, 37632 Eschershausen (DE). **BATALIA, Martina** [DE]; Brahmweg 2, 37691 Boffzen (DE). **STUBBE, Hans** [DE]; Sparenbergstrasse 45, 37603 Holzminden (DE). **HAUG, Martin, Ernst** [DE]; Fontanenstrasse 5, 37603 Holzminden (DE).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(54) **Title:** SPRAY-DRIED SOLUBLE INSTANT POWDER AND INSTANT POWDER BEVERAGE FOR PRODUCING BEVERAGES AND CORRESPONDING PRODUCTION METHOD

(54) **Bezeichnung:** INSTANTLÖSLICHES SPRÜHGETROCKNETES PULVER UND INSTANT-GETRÄNKEPULVER FÜR DIE GETRÄNKEHERSTELLUNG SOWIE VERFAHREN ZU DEREN HERSTELLUNG

(57) **Abstract:** The invention concerns a method for producing a spray-dried soluble instant powder for producing beverages. Said method consists in: producing a solution containing water, an agent forming a water-soluble matrix and an emulsifier and/or a water-soluble emulsion stabilizer; producing an oil-in-water emulsion by combining the resulting mixture with at least one substance emulsifiable in an aqueous solution, said substance being selected from the group comprising etherified oils, terpenes, sensorially neutral oils, vegetable oils and mixtures thereof, and a pigment load; homogenizing the oil-in-water emulsion; spray-drying the homogenized oil-in-water emulsion to produce a powder having an average grain size ranging between 80 and 250 µm.

(57) **Zusammenfassung:** Beschrieben wird ein Verfahren zur Herstellung eines instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers für die Getränkeherstellung, mit folgenden Schritten: Herstellen einer Lösung, umfassend: Wasser, einen wasserlöslichen Matrixbildner und einen wasserlöslichen Emulgator und/oder Emulsionsstabilisator, Herstellen einer O/W-Emulsion durch Vermischen der hergestellten Mischung zumindest mit einer in einer wässrigen Lösung emulgierbaren Substanz, ausgewählt aus der Gruppe, die aus ätherischen Ölen, Terpenen, sensorisch neutralen Ölen, Pflanzenölen und deren Mischungen besteht und einem Beschwerungsmitel, Homogenisieren der O/W-Emulsion, Sprühtrocknen der homogenisierten O/W-Emulsion zu einem Pulver mit einer mittleren Korngrösse im Bereich zwischen 80 und 250 µm.

WO 2004/017761 A1

5

10

15

20

25

Instantlösliches sprühgetrocknetes Pulver und Instant-Getränkepulver für die
30 Getränkeherstellung sowie Verfahren zu deren Herstellung

Die vorliegende Erfindung betrifft primär ein Verfahren zur Herstellung eines
instantlöslichen sprühgetrockneten Pulvers für die Getränkeherstellung,
daneben betrifft sie aber auch das instantlösliche sprühgetrocknete Pulver
35 selbst sowie ein Instant-Getränkepulver, das ein erfindungsgemäßes
instantlösliches sprühgetrocknetes Pulver enthält.

Instantlösliche sprühgetrocknete Pulver und daraus hergestellte Instant-
Getränkepulver für die Getränkeherstellung sind seit langem bekannt. Bei der
Formulierung von Instant-Getränkepulvern ist es eine Aufgabe, ein natürliches
40 Getränk, etwa ein fruchtsafthaltiges Getränk, so gut wie möglich
nachzubilden. Das aus dem Instant-Getränkepulver herzustellende Getränk
soll nicht nur hinsichtlich seines Geschmacks und seiner Farbe den
Eigenschaften eines safthaltigen Getränkes ähneln, sondern auch hinsichtlich
seines Mundgefühls (Mouthfeel) und seiner Trübung (Opaleszens). Die
45 genannten Eigenschaften sollen vom Zeitpunkt der Herstellung des fertigen
Getränks aus dem instantlöslichen sprühgetrockneten Pulvers bzw. des
Instant-Getränkepulver bis zum Zeitpunkt des Verzehrs des hergestellten
Getränks möglichst uneingeschränkt vorhanden sein. Aber nicht nur das

Getränks aus dem instantlöslichen sprühgetrockneten Pulvers bzw. des Instant-Getränkepulver bis zum Zeitpunkt des Verzehrs des hergestellten Getränks möglichst uneingeschränkt vorhanden sein. Aber nicht nur das fertige Getränk soll eine hohe Stabilität besitzen, sondern auch das
5 instantlösliche, sprühgetrocknete Pulver selbst.

Eine besondere Schwierigkeit bei der Formulierung von instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvern und Instant-Getränkepulvern für die Herstellung trüber Getränke besteht in der Auswahl eines geeigneten Trübungsmittels (clouding agent). Während in klassischen Emulsionsgetränken emulgierte
10 Öltröpfchen mit einem Durchmesser von $<1\ \mu\text{m}$ eine häufige Verwendung finden, war es bislang nicht möglich, ein instantlösliches sprühgetrocknetes Pulver oder ein Getränkepulver unter Verwendung instantlöslichen sprühgetrockneten Pulvers herzustellen, das nach (Rück-) Lösung in Wasser eine stabile Emulsion aus sensorisch aktiven oder neutralen Ölen in Wasser
15 bewirkt, wobei die emulgierten Öle eine Trübung des fertigen Getränks ergeben. Insbesondere führten Versuche zur Trocknung von handelsüblichen flüssigen Emulsionsaromen oder Trübungsemulsionen für die Herstellung von trüben Fertiggetränken (ready-to-drink-beverages) nicht zu Produkten, welche in üblicher Weise für die Herstellung von Getränken eingesetzt werden
20 können. Hierzu wurden eigene Untersuchungen vorgenommen, die weiter unten z. T. wiedergegeben sind.

Eine Reihe von Veröffentlichungen befasst sich mit der Frage, auf welche Weise trockene Trübungsmittel bzw. Getränkepulver mit diesem trockenen Trübungsmittel hergestellt werden können, die nach (Rück-) Lösung in
25 Wasser einen trüben Eindruck vermitteln:

US 3,023,106 betrifft einen „powdered instant beverage mix“, der eine getrocknete Emulsion eines „plastic fat“ umfasst, d. h. eines Fettes, das bei Raumtemperatur halbfest ist, z. B. hydriertes Kokosnussöl. Neben dem „plastic fat“ umfasst die getrocknete Emulsion auch einen Emulgator wie
30 Gummi Arabicum oder dergleichen. Das Pflanzenfett wird jedoch relativ leicht während der Herstellung und Lagerung des Getränkepulvers wieder

freigesetzt, was zur Verklumpung im Pulver, und zum Aufschwimmen von Öltröpfchen und zu einer Off-Note im angerührten Getränk führen kann.

US 3,658,552 betrifft ein „clouding agent“, welches ähnlich wie das Trübungsmittel aus der US 3,023,106 ein „plastic fat“ umfasst, daneben aber
5 auch einen anorganischen weißen Pigmentfarbstoff wie z. B. Titandioxid. Die US 3,658,552 baut auf der US 3,023,106 auf und schildert in einem „description of prior art“ überschriebenen Abschnitt die Nachteile des in der US 3,023,106 beschriebenen Trübungsmittels.

US 4,187,326 betrifft ein „dry beverage mix containing a clouding agent“ und
10 bei dem clouding agent (Trübungsmittel) handelt es sich um ein Produkt, das eine getrocknete Mischung aus Maltodextrin, Xanthan und dispergiertem Titandioxid umfasst.

US 4,529,613 betrifft ein „pectin-based clouding agent“ und würdigt in der Beschreibungseinleitung die bereits diskutierten Patente US 4,187,326,
15 US 3,023,106 und US 3,658,552. Die in den genannten Dokumenten beschriebenen Verfahren werden allesamt als vergleichsweise ineffizient bezeichnet und die Ursache hierfür wird jeweils in der fehlenden Fähigkeit gesehen, Titandioxid für lange Zeit in wässriger Lösung zu suspendieren. Gemäß der US 4,529,613 ist insoweit eine Verbesserung möglich, wenn ein
20 Stabilisator auf Pektinbasis eingesetzt wird.

Titandioxid ist in den Trübungsmitteln der drei zuletzt diskutierten Schriften die hauptsächliche, eine Trübung bewirkende Substanz. Getränke, welche Titandioxid als Trübungsmittel umfassen, besitzen jedoch regelmäßig nur eine geringe Trübungsstabilität und es kommt recht schnell zur Sedimentation. In
25 einigen Staaten ist der Einsatz von Titandioxid in Getränken überdies untersagt.

WO 85/00005 befasst sich mit einem „beverage clouding agent based on carnauba wax“, wobei es sich um eine Trübungsemulsion handelt, die neben einer vergleichsweise großen Menge an Carnaubawachs (einem in Wasser
30 kaum löslichen Pflanzenwachs) auch ätherische Öle umfassen kann.

Wenngleich die ätherischen Öle im Fertiggetränk ebenfalls zur Trübung beitragen dürften, ist doch im Rahmen der WO 85/00005 das Carnaubawachs entscheidend dafür, dass eine Trübung erreicht wird, welche der eines fruchtsafthaltigen Softdrinks nahe kommt. In der WO 85/00005 ist ein
5 allgemeiner Hinweis enthalten, dass die beschriebenen Trübungsmittelemulsionen getrocknet werden können (z. B. sprühgetrocknet), doch wird der Hinweis nicht durch Beispiele manifestiert; im Gegenteil umfassen die Beispiele der WO 85/00005 einen derart hohen Anteil an der stark hygroskopischen Substanz Glycerin, dass eine Sprühtrocknung nicht
10 möglich erscheint.

Angesichts der Vielzahl von nicht zufriedenstellenden Versuchen, ein instantlösliches, sprühgetrocknetes Pulver und/oder ein entsprechendes Getränkepulver anzugeben, auf dessen Basis sich ein trübes Getränk herstellen lässt, war es die Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Verfahren
15 zur Herstellung eines lagerstabilen instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers für die Getränkeherstellung anzugeben, das entweder nach Einrühren in Wasser zu einem trüben Fertiggetränk mit hoher Trübungsstabilität weiterverarbeitet oder zusammen mit weiteren Bestandteilen wie z. B. Süßungsmittel(n), Säuerungsmittel(n), Farbe(n) und Vitaminen in einem
20 Instant-Getränkepulver eingesetzt werden kann, welches nach Einrühren in Wasser eine hohe Trübungsstabilität aufweist.

Es war eine weitere Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein entsprechendes instantlösliches, sprühgetrocknetes Pulver sowie ein entsprechendes Instant-Getränkepulver anzugeben.

25 Die primäre Aufgabe der vorliegenden Erfindung wird gelöst durch ein Verfahren zur Herstellung eines instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers für die Getränkeherstellung, mit folgenden Schritten:

- Herstellen einer Lösung, umfassend:
 - Wasser,
 - einen wasserlöslichen Matrixbildner und
 - einen wasserlöslichen Emulgator und/oder Emulsionsstabilisator,
- 5 - Herstellen einer O/W-Emulsion durch Vermischen der hergestellten Mischung zumindest mit
 - einer in einer wässrigen Lösung emulgierbaren Substanz, ausgewählt aus der Gruppe, die aus ätherischen Ölen, Terpenen, sensorisch neutralen Ölen, Pflanzenölen und deren Mischungen besteht und
 - 10 einem Beschwerungsmittel,
- Homogenisieren der O/W-Emulsion (d. h. inniges Vermengen von Öl- und Wasserphase zur Herstellung einer im wesentlichen einheitlichen Größe der Öltröpfchen in der Wasserphase),
- Sprühtrocknen der homogenisierten O/W-Emulsion zu einem Pulver mit
15 einer mittleren Korngröße im Bereich zwischen 80 und 250 µm.

Das instantlösliche sprühgetrocknete Pulver lässt sich leicht unter Bildung eines trüben Getränkes in Wasser einrühren, wobei die emulgierbare Substanz die Trübung bewirkt. Das sprühgetrocknete Produkt selbst ist ebenso wie ein unter seiner Verwendung hergestelltes Getränkepulver
20 ebenfalls ein Gegenstand der vorliegenden Erfindung.

Vorzugsweise umfassen die zur erfindungsgemäßen Herstellung des instantlöslichen Pulvers eingesetzten Bestandteile kein anorganisches Trübungsmittel (wie etwa Titandioxid).

Die Erfindung basiert auf dem Versuch, aus handelsüblichen flüssigen Emulsionsaromen im Wege der Sprühtrocknung ein Pulver herzustellen, welches unter Zugabe von z. B. Süßungsmittel(n), Säuerungsmittel und eventuell weiteren Zutaten (a) zu einem Fertiggetränk oder (b) zu einem Instant-Getränkepulver, das dann nach Rücklösung in Wasser ein Fertiggetränk ergibt, weiterverarbeitet werden kann. Die gemäß (a) und (b) hergestellten Fertiggetränke sollten dabei dem direkt auf Basis des flüssigen Emulsionsaromas hergestellten Getränks völlig (a) oder zumindest in etwa (b) entsprechen. (Anm.: Instant-Getränkepulver umfassen üblicherweise z. B. noch Tricalciumphosphat als Rieselhilfe („Anti-Caking-Agent“) und üblicherweise Vitamin C. Dies hat wenig Einfluss auf den Geschmack, aber rein chemisch gesehen sind die resultierenden Fertiggetränke damit nicht identisch.) Derartige Versuche scheiterten jedoch, und zwar vor allem deshalb, weil die Bestandteile üblicher Emulsionsaromen eine Sprühtrocknung zu einem physikalisch stabilen Pulver nicht zulassen. Die frustrierenden Resultate der entsprechenden Versuche auf Basis handelsüblicher Emulsionsaromen entsprechen in etwa denen, die sich ergeben, wenn die in der WO 85/00005 beschriebenen Emulsionsaromen sprühgetrocknet werden.

Überraschenderweise ließ sich jedoch ein instantlösliches, sprühgetrocknetes Pulver mit Trübungsstabilität nach Auflösen in Wasser, herstellen, nachdem eine Reihe von Verfahrensschritten in erfindungsgemäßer Weise modifiziert worden waren. Folgende Modifikationen sind von besonderer Bedeutung:

1. Es wird in einem ersten Schritt eine wässrige Lösung hergestellt, die neben Wasser einen wasserlöslichen Matrixbildner und einen wasserlöslichen Emulgator und/oder Emulsionsstabilisator umfasst. In einem zweiten Schritt wird hieraus unter Zusatz von emulgierbarer Substanz und Beschwerungsmittel eine O/W-Emulsion hergestellt.

Die Anteile von Matrixbildner, Emulgator/Emulsionsstabilisator, Trübungs- und Beschwerungsmittel werden so eingestellt, dass sich im Wege der Sprühtrocknung ein stabiles Pulver erhalten lässt, d. h. ein Pulver, dessen Form oder Zustand sich unter Normalbedingungen nicht mehr ändert.

2. Es wird ein Sprühtrocknungsverfahren gewählt, das die Herstellung eines instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers mit einer mittleren Korngröße im Bereich zwischen 80 und 250 µm erlaubt. Die Einstellung einer mittleren Korngröße im angegebenen Bereich ist von besonderer Bedeutung für die Stabilität (insbesondere Oxidationsstabilität) und Löslichkeit erfindungsgemäßer Pulver, insbesondere, wenn sie keine anorganischen Pigmente als Trübungsmittel umfassen.

Als Matrixbildner sind im Rahmen der Erfindung insbesondere wasserlösliche, bei Raumtemperatur feste und lebensmittelrechtlich unbedenkliche Substanzen einsetzbar. Bevorzugt ist die Verwendung von Matrixbildnern, die aus der Gruppe ausgewählt sind, die aus Maltodextrinen unterschiedlicher DE-Werte (DE = Dextrose-Equivalent), modifizierter Stärke, hydrolysierter Stärke, getrocknetem Glukosesirup, Lactose und deren Mischungen besteht.

Als Emulgator und/oder Emulsionsstabilisator können im erfindungsgemäßen Verfahren Substanzen eingesetzt werden, welche dazu beitragen, die lipophilen Bestandteile der herzustellenden Trockenmischung in Wasser zu emulgieren oder eine bereits bestehende Emulsion dieser Bestandteile in Wasser zu stabilisieren. Vorzugsweise werden Emulgator und/oder Emulsionsstabilisator aus der Gruppe ausgewählt, die aus Gummi Arabicum, lipophiler Stärke wie z.B. Stärkenatriumoctenylsuccinat (Modifizierte Stärke E 1450), Xanthan, Carragenan, Johannisbrotkernmehl, Guarkernmehl, Tragant, Carboxymethylcellulose (CMC), Pektin und deren Mischungen besteht.

Als Beschwerungsmittel werden vorzugsweise Substanzen aus der Gruppe ausgewählt, die aus Glycerinabietat, Dammar Harz, Sucrose Acetat Isobutytrat (SAIB) und deren Mischungen besteht.

Vorzugsweise wird die Sprühtrocknung im Rahmen des erfindungsgemäßen Verfahrens mittels eines Spray-Fluidized-Bed-Trockners durchgeführt. Hierbei wird die erfindungsgemäß homogenisierte O/W-Emulsion in feine Tröpfchen versprüht; danach nimmt ein erhitzter Gasstrom die Tröpfchen auf, verdampft die Flüssigkeit und lässt die entstehenden Pulverpartikel in im Wesentlichen

ihrer ursprünglichen Größe und Form zurück. Im integrierten Fließbett findet während des zweiten Trocknungsschrittes eine Agglomeratbildung statt. Die feinsten Partikel werden mit Hilfe eines Zig Zag Siebers vom Endprodukt abgetrennt und in die Zerstäubungszone des Sprühturms zurückgeführt.
5 Schließlich wird das getrocknete Pulver vom Gasstrom abgetrennt und aufgefangen.

Im Rahmen der vorliegenden Erfindung wird der Fachmann die einzelnen Komponenten Matrixbildner, Emulgator/Emulsionsstabilisator, in Wasser emulgierbare Substanz (nachfolgend auch Trübungskomponente genannt)
10 und Beschwerungsmittel in Mengen einsetzen, welche die Bildung eines sprühgetrockneten Pulvers mit einer mittleren Korngröße im Bereich zwischen 80 und 250 μm erlauben, wobei sich das sprühgetrocknete Pulver unter Rühren mit einem Löffel leicht in Wasser auflösen lässt.

Vorzugsweise wird die Trübungskomponente in einer Menge eingesetzt, die
15 im Bereich zwischen 5 und 20 Gew.-% liegt, bezogen auf die Gesamtmasse des sprühgetrockneten Pulvers. Sofern zusätzlich zu den erfindungsgemäß eingesetzten Ölen noch andere Trübungskomponenten oder Trübungsmittel eingesetzt werden sollen (z. B. Titandioxid oder ein anderes anorganisches Pigment), wird der Anteil an diesen sonstigen Trübungsmitteln vorzugsweise
20 nicht über 2 Gew.-% liegen, wiederum bezogen auf die Gesamtmasse des sprühgetrockneten Pulvers. Die erfindungsgemäß eingesetzten, das Endgetränk trübenden Öle, liegen also vorzugsweise immer im Überschuss gegenüber ggf. additiv eingesetzten Trübungskomponenten und Trübungsmitteln vor; diese sonstigen ein Endgetränk trübenden Komponenten
25 sind überdies in keiner Weise für den erfindungsgemäßen Erfolg verantwortlich.

Vorzugsweise liegt die Gesamtmenge an erfindungsgemäßen Trübungskomponenten und ggf. additiv eingesetzten öllöslichen Aromastoffen im Bereich zwischen 15 und 20 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse des
30 sprühgetrockneten Pulvers. Werden keine öllöslichen Aromastoffe zusätzlich zu den erfindungsgemäß eingesetzten Trübungskomponenten (Ölen) eingesetzt (z. B. zur Herstellung eines sprühgetrockneten Pulvers, aus dem

eine nicht-aromatisierte Trübungsemulsion erzeugt werden soll), so liegt deren Anteil somit vorzugsweise im angegebenen Bereich zwischen 15 und 20 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse des sprühgetrockneten Pulvers.

Die Gesamtmenge an eingesetztem Emulgator und Emulsionsstabilisator liegt
5 vorzugsweise im Bereich zwischen 12 und 25 Gew.-%, ebenfalls bezogen auf die Gesamtmasse des sprühgetrockneten Pulvers

In dem sprühgetrockneten Pulver sollte das Massenverhältnis $r_{T/E}$ von (a) erfindungsgemäß eingesetzten Trübungskomponenten sowie ggf. öllöslichem Aromastoff zu (b) Emulgator und/oder Emulsionsstabilisator im Bereich
10 zwischen 1 und 1,2 liegen, damit das aus dem sprühgetrockneten Pulver (bzw. einem damit hergestellten Getränkepulver) herzustellende Getränk ggf. unter Einsatz weiterer Getränkekomponenten eine ausreichende Emulsionsstabilität besitzt.

Der Matrixbildner wird im Rahmen der vorliegenden Erfindung vorzugsweise
15 in einer Menge eingesetzt, die im Bereich zwischen 50 und 80 Gew.-% liegt, bezogen auf die Gesamtmasse des sprühgetrockneten Pulvers.

Das Beschwerungsmittel wird vorzugsweise in einer Menge eingesetzt, die im Bereich zwischen 4 und 16 Gew.-% liegt, bezogen auf die Gesamtmasse des sprühgetrockneten Pulvers.

Vorteilhafterweise liegt in dem sprühgetrockneten Pulver das
20 Massenverhältnis $r_{T/B}$ von (a) Trübungskomponente sowie gegebenenfalls öllöslichem Aromastoff zu (b) Beschwerungsmittel im Bereich zwischen 1 und 1,7, damit es in einem Getränk, das unter Verwendung des sprühgetrockneten Pulvers (bzw. eines damit hergestellten Getränkepulvers) hergestellt wird,
25 nicht zur Ringbildung oder Sedimentation kommt.

Selbstverständlich können im Rahmen des erfindungsgemäßen Verfahrens neben den vorstehend genannten Substanzen auch noch andere Substanzen in die sprühgetrocknete Pulver eingearbeitet werden. Insbesondere können

Aromastoffe und/oder Farbstoffe (z. B. β -Carotin) eingesetzt werden; diese Liste ist jedoch noch nicht abschließend.

Aromastoffe werden vorzugsweise in einer Menge eingesetzt, die im Bereich zwischen 0 und 20 Gew.-% liegt, bezogen auf die Gesamtmasse des
5 sprühgetrockneten Pulvers.

Die Menge eingesetzter Farbstoffe liegt vorzugsweise zwischen 0 und 10 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse des sprühgetrockneten Pulvers, wobei üblicherweise eine Menge im Bereich zwischen 0,05 und 10 Gew.-%
eingestellt wird, da in den meisten Fällen eine gewisse Farbgebung erwünscht
10 sein wird.

Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten instantlöslichen Pulver sind neue Produkte, welche leichter gelagert werden können als flüssige Emulsionsaromen, die ihnen hinsichtlich der Wirkstoffanteile entsprechen. Insbesondere wird bei den erfindungsgemäßen Pulvern keine
15 Phasentrennung beobachtet, die bei flüssigen Emulsionsaromen auftreten kann. Die erfindungsgemäßen Pulver umfassen eine Trübungskomponente, wie sie üblicherweise in flüssigen Aromenemulsionen vorliegt und daneben keine oder zumindest im Wesentlichen keine entscheidenden Mengen an anorganischen Trübungsmitteln. Regelmäßig werden die erfindungsgemäßen
20 sprühgetrockneten Pulver auch kein „plastic fat“ im Sinne der US 3,023,106 umfassen, das bei Raumtemperatur halbfest ist. Ähnlich wie in handelsüblichen flüssigen Emulsionsaromen werden nämlich auch im Rahmen der vorliegenden Erfindung Trübungskomponenten bevorzugt, die bei 25°C flüssig sind.

25 Die erfindungsgemäßen sprühgetrockneten Pulver sind im Vergleich zu flüssigen Emulsionsaromen lange haltbar. Bevorzugt sind erfindungsgemäße sprühgetrocknete Pulver, die zumindest 15 Monate bei einer Temperatur von bis zu +20°C haltbar sind; der Fachmann ist in der Lage, die erfindungsgemäßen Verfahrensschritte so einzustellen, dass die genannte
30 Haltbarkeit erreicht wird. Im Unterschied zu den erfindungsgemäßen

sprühgetrockneten Pulvern sind flüssige Emulsionsaromen regelmäßig nur maximal 12 Monate bei einer Temperatur von bis zu +4°C haltbar.

Wiederum im Vergleich mit üblichen flüssigen Emulsionsaromen sind die erfindungsgemäßen sprühgetrockneten Pulver weniger licht- und temperaturempfindlich. Während bei flüssigen Emulsionsaromen regelmäßig eine Lagertemperatur von +4°C und eine Lagerung im Dunkeln empfohlen wird, sollte hinsichtlich des erfindungsgemäßen sprühgetrockneten Pulvers lediglich eine Lagertemperatur unter +30°C eingehalten und eine trockene Lagerung gewährleistet werden. Solange das erfindungsgemäße sprühgetrocknete Pulver tatsächlich trocken bleibt, wird automatisch ein optimaler Aromaschutz gewährleistet; im weiteren Sinne liegt eine Mikroverkapselung vor.

Da das erfindungsgemäße sprühgetrocknete Pulver im festen Aggregatzustand vorliegt, finden keine oder nur vernachlässigbare physikalische, chemische oder mikrobielle Veränderungsprozesse statt, weswegen auch auf den Zusatz von Konservierungsmitteln verzichtet werden kann.

Mit dem erfindungsgemäßen sprühgetrockneten Pulver wird dem Wunsch einer Vielzahl von Getränkeherstellern entsprochen, die ein identisch schmeckendes Produkt sowohl in flüssiger (Ready-to-drink) als auch in pulverförmiger (Instant-Getränkepulver) Form anbieten wollen. Aus den erfindungsgemäßen sprühgetrockneten Pulvern lässt sich sowohl im industriellen Maßstab (typischerweise unter Zugabe von Süßungsmittel(n), Säuerungsmittel und evt. weiteren Zutaten) als auch auf der Ebene des Endverbrauchers (unter Verwendung von Instant-Getränkepulver, das das erfindungsgemäße sprühgetrocknete Pulver umfasst) jeweils ein Getränk herstellen, das in seiner chemischen Zusammensetzung nahezu und in seinem sensorischen Profil vollständig einem Produkt entspricht, wie man es bei Verwendung flüssiger Emulsionsaromen erhält, welche bislang nur auf der industriellen Fertigungsstufe eingesetzt wurden.

Die erfindungsgemäßen sprühgetrockneten Pulver können in herkömmlichen Instant-Getränkepulvern als Ersatz für (a) die bislang eingesetzten Trübungskomponenten, (b) Systeme aus Trübungskomponente und Farbstoff sowie (c) Systeme aus Trübungskomponente, Farbstoff und Aromastoff
5 eingesetzt werden.

Die erfindungsgemäßen instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulver sind regelmäßig nach Auflösen in Wasser pasteurisationsstabil.

Die vorliegende Erfindung betrifft neben den Verfahren zur Herstellung eines instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers und eines instantlöslichen,
10 sprühgetrockneten Pulvers selbst auch Instant-Getränkepulver, die ein erfindungsgemäßes instantlösliches, sprühgetrocknetes Pulver in einer Menge von 0,2 bis 35 Gew.-% bezogen auf die Gesamtmasse des Instant-Getränkepulvers umfassen.

Ein erfindungsgemäßes Instant-Getränkepulver umfasst neben dem
15 instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulver regelmäßig Zucker oder andere Süßungsmittel oder Kombinationen daraus, in vielen Fällen ein Säuerungsmittel (z. B. Zitronensäure) sowie in manchen Fällen Verdickungsmittel (z. B. Carboxymethylcellulose (CMC), Pektin) und/oder sonstige übliche Zusatzstoffe.

20 Die Erfindung wird nachfolgend anhand von Beispielen und Vergleichsbeispielen (zu nicht erfindungsgemäßen Verfahren bzw. Produkten) näher erläutert.

Vergleichsbeispiel 1: Sprühtrocknung eines handelsüblichen Emulsionsaromas (**nicht** erfindungsgemäß)

5360 g eines Orangen-Emulsionsaromas bestehend aus:

100 g	Aromastoffe
175 g	Farbstoffe
180 g	Trübungskomponente (Terpene)
217 g	Beschwerungsmittel (Glycerinabietat)
6 g	Konservierungsstoffe
48 g	Citronensäure
357 g	Emulgator/Emulsionsstabilisator (Gummi Arabicum)
4277 g	Wasser

5

wurden hergestellt, wobei zunächst die Konservierungsstoffe, Farbstoffe, das Gummi Arabicum und die Zitronensäure in Wasser gelöst wurden. Nach ca. 40 Minuten Lösungszeit oder alternativ nach klumpenfreier Suspension wurden die Aromastoffe sowie das Beschwerungsmittel, vorgelöst in der

10 Trübungskomponente, in die wässrige Lösung eindispersiert. Anschließend wurde die Emulsion zweimal bei 250 bar Hochdruck homogenisiert.

Anschließend wurde das Emulsionsaroma mittels eines konventionellen Laborsprühtrockners (Typ: NIRO-Minor) getrocknet. Die theoretisch berechnete Ausbeute betrug 1000 g Pulver. Nach der Spühtrocknung ergab

15 sich allerdings nicht die theoretisch berechnete Ausbeute von 1000 g Pulver, sondern lediglich eine klebrige Masse an der Wand des Laborsprühtrockners.

Die Ursache hierfür wird in dem Umstand gesehen, dass das Orangen-Emulsionsaroma keine ausreichenden Mengen an matrixbildender Substanz umfasste; der Anteil an flüssigen (öllöslichen) Substanzen lag vielmehr über

20 50 Gew.-%, so dass die Bildung eines stabilen Pulvers aus diesem Grunde nicht möglich war.

Anmerkung: Hier und nachfolgend sollen Erklärungen und Begründungen im Sinne von Erklärungsversuchen verstanden werden, stellen jedoch keine Beschränkung der erfindungsgemäßen technischen Lehre dar.

5 **Vergleichsbeispiel 2:** Zugabe von Maltodextrin zu einem kompletten Emulsionsaroma und anschließende Sprühtrocknung (**nicht** erfindungsgemäß)

Es wurden 2700 g eines Orangen-Emulsionsaromas bestehend aus:

50 g	Aromastoffe
88 g	Farbstoffe
90 g	Trübungskomponente (Terpene)
110 g	Beschwerungsmittel (Glycerinabietat)
3 g	Konservierungsstoffe
24 g	Citronensäure
180 g	Emulgator/Emulsionsstabilisator (Gummi Arabicum)
2155 g	Wasser

- 10 analog der Vorgehensweise, die vorstehend unter 1. beschrieben ist, hergestellt. Danach wurden 510 g Maltodextrin DE 18 - 20 mit einem Flügelrührer in das Emulsionsaroma hineingelöst (Laufzeit des Flügelrührers: 20 Minuten). Anschließend wurde die erhaltene Slurry homogenisiert und mittels desselben Laborsprühtrockners getrocknet, der schon in dem unter 1.
- 15 beschriebenen Vergleichsbeispiel eingesetzt wurde. Die theoretisch berechnete Ausbeute betrug 1000 g Pulver.

Das Resultat der Sprühtrocknung war ein feines, nicht frei fließendes, nur schlecht lösliches Pulver einer mittleren Partikelgröße von ca. 30 µm, das zu Klumpenbildung neigte. Nach Einrühren des Pulvers mit einem

20 handelsüblichen Laborrührer in Wasser verblieben mit dem bloßen Auge sichtbare ungelöste Klumpen an der Oberfläche des Getränkes. Die erhaltene Emulsion erwies sich überdies im Standzeittest als nicht stabil; bereits eine Standzeit von einem Tag unter Realbedingungen führte zu einer deutlichen

Aufklärung des Getränkes, einhergehend mit einer Abnahme der Trübung und einer Ringbildung im Flaschenhals.

Trotz der Verwendung von Maltodextrin als Matrixbildner ließ sich somit aus einem üblichen Emulsionsaroma keine Trockenmischung herstellen, die nach
5 Rücklösung in Wasser ein akzeptables Verhalten zeigte.

Vergleichsbeispiel 3: Zugabe von Maltodextrin zu Bestandteilen eines üblichen Emulsionsaromas und anschließende Sprühtrocknung (**nicht** erfindungsgemäß)

Es wurde eine funktionelle Slurry hergestellt, die in ihrem Aufbau dem
10 Orangen-Emulsionsaroma aus dem zweiten Vergleichsbeispiel entsprach, allerdings keine Konservierungsstoffe und keine Citronensäure umfasste. Die Slurry umfasste:

50 g	Aromastoffe
88 g	Farbstoffe
90 g	Trübungskomponente (Terpene)
110 g	Beschwerungsmittel (Glycerinabietat)
180 g	Emulgator/Emulsionsstabilisator (Gummi Arabicum)
537 g	Maltodextrin
1495 g	Wasser

Im Unterschied zur Vorgehensweise gemäß dem zweiten Vergleichsbeispiel
15 wurden allerdings in einem ersten Verfahrensschritt Gummi Arabicum, Maltodextrin (!) und die Farbstoffe mit einem Flügelrührer in Wasser gelöst (Laufzeit ca. 20 Minuten).

In einem zweiten Verfahrensschritt wurden dann die Aromastoffe und das Beschwerungsmittel, vorgelöst in der Trübungskomponente, mit Hilfe des
20 Flügelrührers eindispersiert (Laufzeit ca. 20 Minuten).

Die resultierende Slurry wurde dann homogenisiert und anschließend mit einem Laborsprühtrockner getrocknet, der schon in dem unter 1. beschriebenen Vergleichsbeispiel eingesetzt wurde.

Das Resultat der Sprühtrocknung war ein feinkörniges (mittlere Partikelgröße ca. 30 µm), stabiles Pulver, das sich jedoch nur schlecht in Wasser lösen ließ. Nach Einrühren des Pulvers mit einem handelsüblichen Laborrührer in Wasser verblieben mit dem bloßen Auge sichtbare ungelöste Klumpen an der
5 Oberfläche der Flüssigkeit.

Die nach Einrühren in Wasser erhaltene Emulsion besaß allerdings eine gute Stabilität im Fertiggetränk, wie sich aus den nachfolgenden Beschreibungen eines Standzeit-Tests und eines Lagertests ergibt. Hinsichtlich der Herstellvorschrift für das Fertiggetränk aus sprühgetrocknetem Pulver siehe
10 Beispiel 5.

Standzeit-Test: Bedingungen und Ergebnisse

Aus dem vorstehend beschriebenen sprühgetrockneten Pulver wurde mit einer Dosierung von 500 g/1000 L ein Fertiggetränk hergestellt und in 330 ml Glasflaschen abgefüllt. Diese Flaschen wurden unter Realbedingungen
15 (Raumtemperatur, Tageslicht) sechs Monate stehend gelagert. Anschließend wurden die Getränke beurteilt: Es wurde kein Trübungsverlust, keine Aufklärung, keine Ringbildung und kein Bodensatz festgestellt.

Lagertest: Bedingungen und Ergebnisse

Vorgehensweise bis zur Abfüllung in 330 ml Glasflaschen wie beim Standzeit-
20 Test.

Die mit Fertiggetränk gefüllten Glasflaschen wurden dann drei bzw. sechs Tage in einem Lichtschrank bei 5000 Lux und 38°C gelagert. Dies entspricht in etwa einer Lagerung von 3 bzw. 6 Monaten in einem Supermarkt o. ä., d. h. bei Raumtemperatur und diffusem Licht (keine direkte Sonneneinstrahlung).
25 Anschließend erfolgte eine Beurteilung von Aussehen, Geruch und Geschmack. Die Ergebnisse des Lagertests sind in der nachfolgenden Tabelle wiedergegeben:

Lagerzeit	Aussehen	Geruch	Geschmack
Frisch	Gleichmäßig trüb	Nach Orange, frisch	Süß, orange, frisch
3 Tage	Gleichmäßig trüb	Nach Orange, frisch	Süß, orange, leicht frisch
6 Tage	Gleichmäßig trüb	Nach Orange, etwas frisch	Süß, orange, leicht frisch

Das sprühgetrocknete Pulver des Vergleichsbeispiels 3 kann somit als im Fertiggetränk physikalisch und sensorisch stabil bezeichnet werden, 5 problematisch erschien jedoch die schlechte Löslichkeit des Pulvers in Wasser.

Aus heutiger Sicht dürften die physikalische und sensorische Stabilität auf (a) die geeignete Auswahl von Art und Menge von Matrixbildner, Emulgator/Emulsionsstabilisator, Trübungs- und Beschwerungsmittel sowie 10 Aroma- und Farbstoffen sowie (b) die Änderung der Vorgehensweise bei der Herstellung der O/W-Emulsion im Vergleich zum Vergleichsbeispiel 2 (der wasserlösliche Matrixbildner wird gleichzeitig mit dem wasserlöslichen Emulgator in Wasser gelöst und nicht nachträglich) zurückzuführen sein.

Auf Grund der schlechten Wasserlöslichkeit des sprühgetrockneten Pulvers 15 des dritten Vergleichsbeispiels erschien dieses jedoch noch nicht praxistauglich.

Beispiel 4: Sprühtrocknung mittels des Spray-Fluidized-Bed-Verfahrens (erfindungsgemäß)

Die Rezeptur entspricht der bereits in Vergleichsbeispiel 3 genannten 20 Rezeptur.

Es wurden Gummi Arabicum, Maltodextrin und die Farbstoffe zusammen mit den Trübungskomponenten, dem Beschwerungsmittel, den Aromastoffen und dem Wasser mit einer Pulverbenetzungsmaschine des Typs Ystral Conti-TDS S 100 zu einer Slurry verarbeitet. Die Laufzeit der Pulverbenetzungsmaschine
5 betrug ca. 10 Minuten.

Die resultierende Slurry wurde in einem nach dem Spray-Fluidized-Bed-Verfahren arbeitenden Sprühtrockner der Firma Anhydro (Typ PSBD 58) sprühgetrocknet, wobei eine Korngröße im Bereich zwischen 80 und 250 µm eingestellt wurde (Partikelgröße bestimmt mittels eines particle size analyzers
10 unter Verwendung der Laser-Diffraktionstechnologie; eingesetzt wurde ein Master Sizer X der Firma Malvern).

Das resultierende Pulver mit der besagten mittleren Korngröße erwies sich als freifließend, staubarm und instantlöslich; die physikalische und sensorische Stabilität im Fertiggetränk entsprach der aus Vergleichsbeispiel 3.

15 Das Pulver stellt ein erfindungsgemäßes sprühgetrocknetes Pulver dar, das sich manuell mit einem Löffel gleichmäßig und schnell in Wasser lösen lässt und daher zu Recht „instantlöslich“ genannt werden kann. Eine Verklumpung auf der Getränkeoberfläche ist nicht zu beobachten.

Mit dem erfindungsgemäßen instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulver
20 wurden Standzeit- und Lagertests durchgeführt wie unter Vergleichsbeispiel 3 beschrieben. Die Ergebnisse der besagten Tests entsprachen in etwa denen aus Vergleichsbeispiel 3.

Hinsichtlich des Verfahrens zur Herstellung des in den Standzeit- und Lagertests eingesetzten Fertiggetränkes wird auf das nachfolgende Beispiel 5
25 verwiesen.

Beispiel 5a: Stilles Fertiggetränk auf Basis eines sprühgetrockneten Pulvers gemäß Vergleichsbeispiel 3 und erfindungsgemäßigem Beispiel 4:

Beispielrezeptur für ein stilles Fertiggetränk auf Basis eines sprühgetrockneten Pulvers nach Art eines Orangen-Emulsionsaromas (Vergleichsbeispiel 3; erfindungsgemäßes Beispiel 4).

Bestandteile	kg	ltr
1 Zuckersirup 65 % mas	160,00	121,210
2 Zitronensäuremonohydratlösung 50 % mas	4,200	3,440
3 Pulver nach Art eines Orangen-Emulsionsaromas, 10 % mas in Wasser	5,000	5,000
4 Konservierungsmittel Natriumbenzoat, 20 % mas in Wasser	0,600	0,600
5 Wasser, still	869,750	869,750
	1039,550	<u>1000,000</u>

Das sprühgetrocknete Pulver aus Vergleichsbeispiel 3 bzw. Beispiel 4 (erfindungsgemäßes sprühgetrocknetes Pulver) wurde bei laufendem Flügelrührer in der Wasserphase gelöst (in Vergleichsbeispiel 3 verblieben kleine Klumpen an der Getränkeoberfläche). Dann wurden Zuckersirup, Natriumbenzoat (Konservierungsmittel) und Zitronensäuremonohydratlösung bei weiterhin laufendem Flügelrührer hinzugefügt. Anschließend erfolgte die Abfüllung des erhaltenen Getränks in die verwendeten 330 ml Glasflaschen sowie eine Pasteurisation in einem Tunnelpasteur. Die Heißhaltezeit betrug dabei 60 Sekunden bei 87°C (entspricht 5,01 PE).

Beispiel 5b Carbonisiertes Fertiggetränk auf Basis eines sprühgetrockneten Pulvers gemäß Vergleichsbeispiel 3 und erfindungsgemäßigem Beispiel 4:

Beispielrezeptur für ein carbonisiertes Fertiggetränk auf Basis eines sprühgetrockneten Pulvers nach Art eines Orangen-Emulsionsaromas (Vergleichsbeispiel 3; erfindungsgemäßes Beispiel 4).

	Bestandteile	kg	ltr
1	Zuckersirup 65 % mas	160,00	121,210
2	Citronensäuremonohydratlösung 50 % mas	4,200	3,440
3	Pulver nach Art eines Orangen-Emulsionsaromas, 10 % mas in Wasser	5,000	5,000
4	Wasser, still	870,350	870,350
		1039,550	<u>1000,000</u>

- Das sprühgetrocknete Pulver aus Vergleichsbeispiel 3 bzw. Beispiel 4 (erfindungsgemäßes sprühgetrocknetes Pulver) wurde bei laufendem Flügelrührer in der Wasserphase gelöst (in Vergleichsbeispiel 3 verblieben
- 5 kleine Klumpen an der Getränkeoberfläche). Dann wurden Zuckersirup und Zitronensäuremonohydratlösung bei weiterhin laufendem Flügelrührer hinzugefügt. Anschließend erfolgte eine Carbonisierung und Abfüllung des erhaltenen Getränks in die verwendeten 330 ml Glasflaschen. Es erfolgte keine Pasteurisation; die Beispielrezeptur umfasste auch kein Natriumbenzoat
- 10 als Konservierungsmittel.

Vergleichsbeispiel 6: Herstellung eines Getränkepulvers

Beispielrezeptur: Instant-Getränk Typ Orange, Vollzucker-Version

	Bestandteile	kg
1	Zucker	93,672
2	Citronensäure-Anhydrat	4,960
3	Trinatriumcitrat	0,256
4	Tricalciumphosphat	0,216
5	Vitamin C	0,240
6	Sprühgetrocknetes Pulver aus Beispiel 4 (erfindungsgemäßes Pulver)	0,400
7	Gummi Arabicum sprühgetrocknet E 414	0,080
8	Xanthan Gummi E 415	0,072
9	Carboxymethylcellulose E 466	0,064
10	Pectin E 440	0,040
		100,000

Dosierung in Ready-to-drink: 125g Pulver in 1 l Wasser

- 5 Herstellvorschrift: In einem handelsüblichen Mischer für Trockenmischungen, z. B. einem Pflugscharmischer der Firma Lödige (z.B. Modell M5R; Batch-Mischer mit einer Welle) wird zunächst der Zucker vorgelegt und danach werden alle anderen (Minor-) Komponenten in beliebiger Reihenfolge zugegeben. Anschließend wird bei ca. 200 U/min etwa drei Minuten gemischt.

10 **Beispiel 7:** Vergleichende Stabilitätstests

Es wurden vergleichende Stabilitätstests für Getränke durchgeführt, die durch Lösen des Getränkepulvers in Wasser und anschließender Pasteurisation hergestellt wurden. Hierzu wurden drei unterschiedliche Getränkepulver hergestellt, nämlich:

- 15 1. Getränkepulver gemäß Beispiel 6 (erfindungsgemäßes Getränkepulver Instant-Getränktyp Orange, Vollzucker-Version)

2. Modifiziertes Getränkepulver nach Art des Getränkepulvers aus Beispiel 6, wobei jedoch an Stelle der Komponente 6 (erfindungsgemäßes Pulver) 0,112 kg auf Titandioxid basierendem Trübungsmittel eingesetzt wurden.

5 Rezepturbeispiel 6a:

	Bestandteile	kg
1	Zucker	93,448
2	Citronensäure-Anhydrat	4,960
3	Trinatriumcitrat	0,256
4	Tricalciumphosphat	0,216
5	Vitamin C	0,240
6	Trübungsmittel zusammengesetzt aus 18,1 % mas	0,112
	Titandioxid, 12,7 % mas Gummi arabicum und	0,500
	69,2 % Maltodextrin (DE 18-20)	0,024
7	Sprühgetrocknetes Orangen-Aroma	
8	Gelborange S E 110, 85 % mas	
9	Gummi Arabicum sprühgetrocknet E 414	0,080
10	Xanthan Gummi E 415	0,072
11	Carboxymethylcellulose E 466	0,064
12	Pectin E 440	0,040
		100,000

3. Modifiziertes Getränkepulver nach Art des Getränkepulvers aus Beispiel 6 wobei jedoch an Stelle von Komponente 6 (erfindungsgemäßes Pulver) 0,400 kg auf Pflanzenöl basierendes Trübungsmittel eingesetzt wurden.

Rezepturbeispiel 6b:

	Bestandteile	kg
1	Zucker	93,148
2	Citronensäure-Anhydrat	4,960
3	Trinatriumcitrat	0,256
4	Tricalciumphosphat	0,216
5	Vitamin C	0,240
6	Trübungsmittel zusammengesetzt aus 19,7 % mas	0,400
	Pflanzenöl (Palmkernöl), 29,6 % mas Gummi	0,500
	arabicum und 50,7 % mas Maltodextrin (DE 18-20)	0,024
7	Sprühgetrocknetes Orangen-Aroma	
8	Gelborange S E 110, 85 % mas	
9	Gummi Arabicum sprühgetrocknet E 414	0,080
10	Xanthan Gummi E 415	0,072
11	Carboxymethylcellulose E 466	0,064
12	Pectin E 440	0,040
		100,000

Jeweils 125 g Getränkepulver wurden mit Wasser auf jeweils 1 Liter aufgefüllt
 5 und in 330 ml Glasflaschen abgefüllt. Die Flaschen wurden unter
 Realbedingungen (Raumtemperatur, Tageslicht) stehend gelagert.

Das auf Basis eines erfindungsgemäßen Getränkepulvers hergestellte
 Getränk zeigte auch nach einem Jahr keine Veränderung; die Trübung hatte
 sich gegenüber der Trübung des frisch hergestellten Getränkes nicht
 10 verändert.

Das Getränk auf Basis eines unter Verwendung von Titandioxid modifizierten
 Getränkepulvers (Rezeptur 6a) zeigte schon nach 24 h eine beginnende
 Sedimentation und nach 48 h einen deutlichen Bodensatz; dementsprechend
 hatte sich der ursprüngliche Trübungsgrad reduziert.

15 Das Getränk auf Basis eines unter Verwendung von Pflanzenöl modifizierten
 Getränkepulvers (Rezeptur 6b) zeigte schon nach 24 h eine beginnende
 Ringbildung im Flaschenhals, die sich mit zunehmender Lagerung verstärkte ;
 das Pflanzenöl war also nicht stabil emulgiert.

Beispiel 8: Rezepturen erfindungsgemäßer instantlöslicher, sprühgetrockneter Pulver (Pulver auf erfindungsgemäße Weise sprühgetrocknet)

In der nachfolgenden Tabelle sind für verschiedene Geschmacksnoten sowie für ein sensorisch neutrales Pulver Rezepturen angegeben, welche die Erfindung illustrieren sollen, ohne in irgendeiner Hinsicht beschränkend zu wirken.

	Orange	Citrone	Exotic	Trübungs- emulsion	Grapefruit
Aromastoffe	12	51	120	0	48
Farbstoffe	64	0,83	32	0	0
Trübungsstoffe	108	16	108	150	120
komponenten					
Beschwerungs-	80	81	72	100	80
mittel					
Gummi	180	180	180	225	180
Arabicum					
Maltodextrin	615	705	665	565	760
Wasser	1491	1516,17	1373	1360	1362

Die in der vorstehenden Tabelle enthaltenen Mengenangaben sind Massenangaben.

Anm.: Für die Herstellung der Geschmacksnote Orange wurde Orangenöl eingesetzt, welches sowohl Anteile umfasst, die in die Kategorie „Trübungskomponenten“ fallen, als auch Anteile, die in die Kategorie „Aromastoffe“ fallen. Die Aufteilung in die genannten Kategorien gemäß der Tabelle ist eine rein rechnerische.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers für die Getränkeherstellung, mit folgenden Schritten:

- Herstellen einer Lösung, umfassend:

5 Wasser,

 einen wasserlöslichen Matrixbildner und

 einen wasserlöslichen Emulgator und/oder Emulsionsstabilisator,

- Herstellen einer O/W-Emulsion durch Vermischen der hergestellten Mischung zumindest mit

10 einer in einer wässrigen Lösung emulgierbaren Substanz, ausgewählt aus der Gruppe, die aus ätherischen Ölen, Terpenen, sensorisch neutralen Ölen, Pflanzenölen und deren Mischungen besteht und

 einem Beschwerungsmittel,

- Homogenisieren der O/W-Emulsion,

15 - Sprühtrocknen der homogenisierten O/W-Emulsion zu einem Pulver mit einer mittleren Korngröße im Bereich zwischen 80 und 250 µm.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Matrixbildner ausgewählt ist aus der Gruppe, die aus Maltodextrinen, modifizierter Stärke, hydrolysierter Stärke, getrocknetem Glukosesirup, 20 Lactose und deren Mischungen besteht.

3. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Emulgator und/oder Emulsionsstabilisator ausgewählt ist aus der Gruppe, die aus Gummi Arabicum, lipophiler Stärke

wie z.B. Stärkenatriumoctenylsuccinat (Modifizierte Stärke E 1450), Xanthan, Carragenan, Johannisbrotkernmehl, Guarkernmehl, Tragant, Carboxymethylcellulose (CMC), Pektin und deren Mischungen besteht.

4. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Beschwerungsmittel ausgewählt ist aus der Gruppe, die aus Glycerinabietat, Dammar Harz, Sucrose Acetat Isobutytrat (SAIB) und deren Mischungen besteht.
5. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Sprühtrocknung mittels eines Spray-Fluidized-Bed-Trockners durchgeführt wird.
6. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Trübungskomponente in einer Menge eingesetzt wird, die im Bereich zwischen 5 und 20 Gew.-% liegt, bezogen auf die Gesamtmasse des instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers.
7. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Gesamtmenge an eingesetztem Emulgator und Emulsionsstabilisator im Bereich zwischen 12 und 25 Gew.-% liegt, bezogen auf die Gesamtmasse des instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers.
8. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Matrixbildner in einer Menge eingesetzt wird, die im Bereich zwischen 50 und 80 Gew.-% liegt, bezogen auf die Gesamtmasse des instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers.
9. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Beschwerungsmittel in einer Menge eingesetzt wird, die im Bereich zwischen 4 und 16 Gew.-% liegt, bezogen auf die Gesamtmasse des instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers.

10. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass nicht mehr als 2 Gew.-% sonstige Trübungskomponenten eingesetzt werden, bezogen auf die Gesamtmasse des instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers.

5 11. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zusätzlich Aromastoffe und/oder Farbstoffe und/oder Säuerungsmittel eingesetzt werden.

12. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Gesamtmenge an Trübungskomponenten und
10 gegebenenfalls zusätzlich eingesetztem öllöslichem Aromastoff im Bereich zwischen 15 und 20 Gew.-% liegt, bezogen auf die Gesamtmasse des instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers.

13. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass in dem instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulver das
15 Massenverhältnis $r_{T/E}$ von (a) Trübungskomponente sowie gegebenenfalls Aromastoff zu (b) Emulgator und/oder Emulsionsstabilisator im Bereich zwischen 1 und 1,2 liegt.

14. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass in dem instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulver das
20 Massenverhältnis $r_{T/B}$ von (a) Trübungskomponente sowie gegebenenfalls Aromastoff zu (b) Beschwerungsmittel im Bereich zwischen 1 und 1,7 liegt.

15. Instantlösliches, sprühgetrocknetes Pulver, herstellbar nach einem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 – 13.

16. Instant-Getränkepulver, umfassend ein instantlösliches,
25 sprühgetrocknetes Pulver nach Anspruch 15 in einer Menge von 0,2 – 35 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse des Instant-Getränkepulvers.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

national Application No

PCT/EP 02/08677

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
 IPC 7 A23L1/22 A23L1/39

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
 IPC 7 A23L C11B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, FSTA, BIOSIS, MEDLINE

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	GB 1 393 077 A (KAPP I B) 7 May 1975 (1975-05-07)	1-16
Y	page 2, line 20 -page 3, line 2; claims 20,23,24; examples 1-5,11,12 ---	1-16
X	US 3 959 510 A (KAPP IRA B ET AL) 25 May 1976 (1976-05-25)	1-16
Y	column 2, line 57 -column 3, line 21 column 3, line 52 -column 4, line 2; claims 19,22,23; figure; examples 1-5,11,12 ---	1-16
X	GB 1 537 160 A (POLAK FRUTAL WORKS) 29 December 1978 (1978-12-29) page 1, line 21 - line 74 page 2, line 28 - line 72; claims 4-6; example --- -/--	1-16

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- * & * document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

10 April 2003

Date of mailing of the international search report

22/04/2003

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Muller, I

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/EP 02/08677

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	EP 0 358 444 A (CERESTAR HOLDING BV) 14 March 1990 (1990-03-14) page 1, line 11 - line 29 page 2, line 24 - line 30; claims 9,11; examples 1,2 ----	1-16
Y	WO 02 43509 A (LYNCH MAURICE GERARD ;AMUNDARAIN JOSE (US); FMC CORP (US); BERTRAN) 6 June 2002 (2002-06-06) page 4, line 28 -page 6, line 26 page 11, line 20 -page 12, line 18; examples 2,6,8 ----	1-16
Y	US 3 353 961 A (SIMON CLARENCE K) 21 November 1967 (1967-11-21) column 1, line 19 - line 65 column 4, line 32 - line 47; claims 12,15-17; examples I,II ----	1-16
A	US 3 715 216 A (CRISTOFARO E ET AL) 6 February 1973 (1973-02-06) column 1, line 35 -column 3, line 23; claims 1-14; example -----	1-16

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/EP 02/08677

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
GB 1393077	A	07-05-1975	BE 796632 A1	02-07-1973
			CH 587024 A5	29-04-1977
			DE 2319461 A1	11-04-1974
			FR 2199941 A1	19-04-1974
			FR 939057 A	25-11-1948
			IT 980174 B	30-09-1974
			JP 49069769 A	05-07-1974
			NL 7305534 A	20-03-1974
			US 3959510 A	25-05-1976
US 3959510	A	25-05-1976	BE 796632 A1	02-07-1973
			CH 587024 A5	29-04-1977
			DE 2319461 A1	11-04-1974
			FR 2199941 A1	19-04-1974
			FR 939057 A	25-11-1948
			GB 1393077 A	07-05-1975
			IT 980174 B	30-09-1974
			JP 49069769 A	05-07-1974
			NL 7305534 A	20-03-1974
GB 1537160	A	29-12-1978	NONE	
EP 0358444	A	14-03-1990	EP 0358444 A1	14-03-1990
WO 0243509	A	06-06-2002	AU 1994202 A	11-06-2002
			WO 0243509 A1	06-06-2002
US 3353961	A	21-11-1967	NONE	
US 3715216	A	06-02-1973	CH 507666 A	31-05-1971
			AT 319721 B	10-01-1975
			BE 755303 A1	26-02-1971
			DE 2042572 A1	18-03-1971
			DK 134045 B	06-09-1976
			ES 383412 A1	01-05-1973
			FR 2060967 A5	18-06-1971
			GB 1260776 A	19-01-1972
			IT 1046782 B	31-07-1980
			JP 54000987 B	18-01-1979
			NL 7012647 A ,B	09-03-1971
			NO 134031 B	03-05-1976
			ZA 7005388 A	28-04-1971

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
 IPK 7 A23L1/22 A23L1/39

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
 IPK 7 A23L C11B

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, FSTA, BIOSIS, MEDLINE

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	GB 1 393 077 A (KAPP I B) 7. Mai 1975 (1975-05-07)	1-16
Y	Seite 2, Zeile 20 -Seite 3, Zeile 2; Ansprüche 20,23,24; Beispiele 1-5,11,12 ---	1-16
X	US 3 959 510 A (KAPP IRA B ET AL) 25. Mai 1976 (1976-05-25)	1-16
Y	Spalte 2, Zeile 57 -Spalte 3, Zeile 21 Spalte 3, Zeile 52 -Spalte 4, Zeile 2; Ansprüche 19,22,23; Abbildung; Beispiele 1-5,11,12 ---	1-16
X	GB 1 537 160 A (POLAK FRUTAL WORKS) 29. Dezember 1978 (1978-12-29) Seite 1, Zeile 21 - Zeile 74 Seite 2, Zeile 28 - Zeile 72; Ansprüche 4-6; Beispiel --- -/--	1-16

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

10. April 2003

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

22/04/2003

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Müller, I

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
Y	EP 0 358 444 A (CERESTAR HOLDING BV) 14. März 1990 (1990-03-14) Seite 1, Zeile 11 - Zeile 29 Seite 2, Zeile 24 - Zeile 30; Ansprüche 9,11; Beispiele 1,2 ----	1-16
Y	WO 02 43509 A (LYNCH MAURICE GERARD ;AMUNDARAIN JOSE (US); FMC CORP (US); BERTRAN) 6. Juni 2002 (2002-06-06) Seite 4, Zeile 28 -Seite 6, Zeile 26 Seite 11, Zeile 20 -Seite 12, Zeile 18; Beispiele 2,6,8 ----	1-16
Y	US 3 353 961 A (SIMON CLARENCE K) 21. November 1967 (1967-11-21) Spalte 1, Zeile 19 - Zeile 65 Spalte 4, Zeile 32 - Zeile 47; Ansprüche 12,15-17; Beispiele I,II ----	1-16
A	US 3 715 216 A (CRISTOFARO E ET AL) 6. Februar 1973 (1973-02-06) Spalte 1, Zeile 35 -Spalte 3, Zeile 23; Ansprüche 1-14; Beispiel -----	1-16

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

nationales Aktenzeichen

PCT/EP 02/08677

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
GB 1393077	A	07-05-1975	BE	796632 A1	02-07-1973
			CH	587024 A5	29-04-1977
			DE	2319461 A1	11-04-1974
			FR	2199941 A1	19-04-1974
			FR	939057 A	25-11-1948
			IT	980174 B	30-09-1974
			JP	49069769 A	05-07-1974
			NL	7305534 A	20-03-1974
			US	3959510 A	25-05-1976
US 3959510	A	25-05-1976	BE	796632 A1	02-07-1973
			CH	587024 A5	29-04-1977
			DE	2319461 A1	11-04-1974
			FR	2199941 A1	19-04-1974
			FR	939057 A	25-11-1948
			GB	1393077 A	07-05-1975
			IT	980174 B	30-09-1974
			JP	49069769 A	05-07-1974
			NL	7305534 A	20-03-1974
GB 1537160	A	29-12-1978	KEINE		
EP 0358444	A	14-03-1990	EP	0358444 A1	14-03-1990
WO 0243509	A	06-06-2002	AU	1994202 A	11-06-2002
			WO	0243509 A1	06-06-2002
US 3353961	A	21-11-1967	KEINE		
US 3715216	A	06-02-1973	CH	507666 A	31-05-1971
			AT	319721 B	10-01-1975
			BE	755303 A1	26-02-1971
			DE	2042572 A1	18-03-1971
			DK	134045 B	06-09-1976
			ES	383412 A1	01-05-1973
			FR	2060967 A5	18-06-1971
			GB	1260776 A	19-01-1972
			IT	1046782 B	31-07-1980
			JP	54000987 B	18-01-1979
			NL	7012647 A ,B	09-03-1971
			NO	134031 B	03-05-1976
			ZA	7005388 A	28-04-1971