



(10) 申请公布号 CN 118679190 A

(43) 申请公布日 2024.09.20

(21) 申请号 202380021346.7

N·维斯

(22) 申请日 2023.02.17

(74) 专利代理机构 北京同立钧成知识产权代理有限公司 11205

(30) 优先权数据

22157207.6 2022.02.17 EP

专利代理师 刘芳 臧建明

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2024.08.12

(51) Int. Cl.

*C08B 37/00* (2006.01)

*A23G 1/30* (2006.01)

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/US2023/062808 2023.02.17

*A23L 29/30* (2006.01)

*C08L 3/02* (2006.01)

(87) PCT国际申请的公布数据

W02023/159175 EN 2023.08.24

*C08L 5/00* (2006.01)

(71) 申请人 嘉吉公司

地址 美国明尼苏达州

(72) 发明人 A·本苏伊西 I·德勒里斯

M·穆鲁

布鲁诺·弗雷德里克·斯坦格尔

权利要求书3页 说明书45页

(54) 发明名称

抗性糊精和制备抗性糊精的方法

(57) 摘要

本发明整体涉及抗性糊精及制备抗性糊精的方法。具体地,本发明涉及具有至少在食品和饮料工业的产品中所需的物理性质的抗性糊精。具体地,本发明涉及制备具有至少在食品和饮料工业的产品中所需的物理性质的抗性糊精的方法。

1. 一种颗粒形式的抗性糊精,所述抗性糊精具有:  
至多2.7的SPAN;以及  
0.60g/g至1.35g/g的油结合能力(OBC)。
2. 根据权利要求1所述的抗性糊精,其中所述SPAN为至多2.15。
3. 根据权利要求1或权利要求2所述的抗性糊精,其中所述OBC为0.80g/g至1.30g/g,或1.05g/g至1.25g/g,或1.12g/g。
4. 根据权利要求1至3中任一项所述的抗性糊精,所述抗性糊精具有基于干固体计5重量%至20重量%、或10重量%至15重量%、或12重量%的右旋糖当量(DE);并且/或者具有至多5ppm、或至多2.5ppm、或至多1ppm的5-羟甲基糠醛(HMF)含量。
5. 根据权利要求1至4中任一项所述的抗性糊精,所述抗性糊精具有在5%或更高的水分含量下测量时70°C或更低的玻璃化转变温度(Tg);并且/或者具有DP1和DP2含量,其中DP1和DP2以至多40重量%、或至多30重量%、或至多20重量%的组合重量%存在。
6. 根据权利要求1至5中任一项所述的抗性糊精,所述抗性糊精具有:  
在1 $\mu$ m至40 $\mu$ m、或5 $\mu$ m至30 $\mu$ m、或10 $\mu$ m至20 $\mu$ m、或13 $\mu$ m至19 $\mu$ m范围内的D10;和/或,  
在5 $\mu$ m至100 $\mu$ m、或10 $\mu$ m至80 $\mu$ m、或20 $\mu$ m至60 $\mu$ m、或30 $\mu$ m至50 $\mu$ m、或35 $\mu$ m至45 $\mu$ m范围内的D50;和/或,  
在20 $\mu$ m至200 $\mu$ m、或30 $\mu$ m至150 $\mu$ m、或40 $\mu$ m至125 $\mu$ m、或50 $\mu$ m至100 $\mu$ m、或60 $\mu$ m至90 $\mu$ m、或70 $\mu$ m至85 $\mu$ m、或75 $\mu$ m至80 $\mu$ m范围内的D90。
7. 根据权利要求1至6中任一项所述的抗性糊精,所述抗性糊精具有1000g/mol至2000g/mol、或1250g/mol至1750g/mol的重均分子量;并且/或者其中单糖和二糖的总量基于干固体计为至多25重量%、或至多20重量%、或至多15重量%、或至多12.5重量%、或至多10重量%、或至多5重量%、或至多2重量%、或至多1重量%、或至多0.5重量%。
8. 根据权利要求1至7中任一项所述的抗性糊精,其中所述抗性糊精具有基本上球形的形态;任选地,其中所述抗性糊精具有基本上球形的形态并且是非附聚的;并且/或者其中所述抗性糊精不包含山梨醇。
9. 一种液体形式的抗性糊精,所述液体形式的抗性糊精在干燥时是根据权利要求1至8中任一项所述的颗粒形式的抗性糊精。
10. 一种液体形式的抗性糊精,所述液体形式的抗性糊精包含:  
根据权利要求1至8中任一项所述的颗粒形式的抗性糊精;以及  
水。
11. 一种用于制备根据权利要求1至8中任一项所述的颗粒形式的抗性糊精的方法,所述方法包括:
  - (a) 提供糖进料,所述糖进料包含基于干固体计至少35重量%、或至少45重量%、或至少55重量%的右旋糖和/或右旋糖低聚物;
  - (b) 将所述糖进料加热至至少60°C的温度;
  - (c) 添加酸化催化剂以形成酸性组合物;
  - (d) 将所述酸性组合物加热至至少120°C、或至少140°C、或至少180°C、或至少190°C;

(e) 通过第一微装置注入所述酸性组合物,以使所述右旋糖和/或右旋糖低聚物与所述酸催化剂在水的存在下反应足以产生第一反应组合物的时间,其中至少60重量%、或至少70重量%、或至少80重量%、或至少85重量%的所述右旋糖和/或右旋糖低聚物已经反应,并且其中所述第一反应组合物包含60重量%至90重量%、或70重量%至80重量%、或75重量%的干固体;

(f) 从所述第一反应组合物中提取所述水,以获得包含至少90重量%、或95重量%、或98重量%干固体的贫水组合物;

(g) 通过第二微装置注入所述贫水组合物,以使任何未反应的右旋糖和/或右旋糖低聚物与所述酸催化剂在至少160℃、或180℃、或200℃、或至少210℃、或至少220℃的温度下反应足以产生第二反应组合物的时间,其中至少90重量%、或至少92重量%的所述右旋糖和/或右旋糖低聚物已经反应,并且其中所述第二反应组合物包含60重量%至80重量%、或65重量%至75重量%、或70重量%的干固体;

(h) 精制所述第二反应组合物以形成精制的第二反应组合物;以及/或者

(i) 干燥所精制的第二反应组合物以产生所述抗性糊精。

12. 根据权利要求11所述的方法,其中所述微装置包括适用于碳水化合物缩聚的微混合器、微热交换器和/或微反应器中的一者或多者;并且/或者

其中所述方法还包括以下步骤:通过使所述第二反应组合物在重力作用下从所述第二微装置落入含有碱性溶液的容器中而将所述第二反应组合物收集在碱性溶液中。

13. 根据权利要求11或权利要求12所述的方法,其中干燥所精制的第二反应组合物的步骤是通过喷雾干燥进行的;任选地,其中干燥所精制的第二反应组合物的步骤进行足够的时间量,直至所述抗性糊精具有至多13重量%水分、或至多10重量%水分、或至多7.5重量%水分、或至多6重量%水分。

14. 一种组合物,所述组合物包含:

根据权利要求1至8中任一项所述的颗粒形式的抗性糊精;以及水。

15. 根据权利要求14所述的组合物,其中所述组合物包含55重量%至98重量%、或60重量%至90重量%、或65重量%至85重量%、或70重量%至80重量%、或72重量%的所述颗粒形式的抗性糊精。

16. 一种形成液体形式的抗性糊精的方法,所述方法包括:

(a) 提供糖进料,所述糖进料包含基于干固体计至少35重量%、或至少45重量%、或至少55重量%的右旋糖和/或右旋糖低聚物;

(b) 将所述糖进料加热至至少60℃的温度;

(c) 添加酸化催化剂以形成酸性组合物;

(d) 将所述酸性组合物加热至至少120℃、或至少140℃、或至少180℃、或至少190℃;

(e) 通过第一微装置注入所述酸性组合物,以使所述右旋糖和/或右旋糖低聚物与所述酸催化剂在水的存在下反应足以产生第一反应组合物的时间,其中至少60重量%、或至少70重量%、或至少80重量%、或至少85重量%的所述右旋糖和/或右旋糖低聚物已经反应,并且其中所述第一反应组合物包含60重量%至90重量%、或70重量%至80重量%、或75重量%的干固体;

(f) 从所述第一反应组合中提取所述水,以获得包含至少90重量%、或95重量%、或98重量%干固体的贫水组合物;

(g) 通过第二微装置注入所述贫水组合物,以使任何未反应的右旋糖和/或右旋糖低聚物与所述酸催化剂在至少160℃、或180℃、或200℃、或至少210℃、或至少220℃的温度下反应足以产生第二反应组合物的时间,其中至少90重量%、或至少92重量%的所述右旋糖和/或右旋糖低聚物已经反应,并且其中所述第二反应组合物包含60重量%至80重量%、或65重量%至75重量%、或70重量%的干固体;以及/或者

(h) 精制所述第二反应组合物以形成所述液体形式的抗性糊精。

17. 根据权利要求16所述的方法,其中所述方法还包括以下步骤:

(i) 干燥所述液体形式的抗性糊精以产生部分干燥的液体形式的抗性糊精;

任选地,其中所述部分干燥的液体形式的抗性糊精包含76重量%至86重量%、或74重量%至85重量%、或75重量%至84重量%、或78重量%至82重量%的抗性糊精;各重量%的余量基本上是水。

18. 一种液体形式的抗性糊精,所述液体形式的抗性糊精是通过或能够通过根据权利要求16或权利要求17所述的方法获得的。

19. 一种食品产品,所述食品产品包含根据权利要求1至8中任一项所述的颗粒形式的抗性糊精和/或根据权利要求9、10和/或18中任一项所述的液体形式的抗性糊精。

20. 根据权利要求19所述的食物产品,其中所述颗粒形式的抗性糊精和/或所述液体形式的抗性糊精被置于具有10重量%或更少的水、或7.5重量%或更少的水、或6重量%或更少的水的食品产品的相中;并且/或者

其中所述颗粒形式的抗性糊精和/或所述液体形式的抗性糊精分散在食品基质的脂质相中;并且/或者

其中所述食品产品是:

(a) 巧克力,诸如但不限于牛奶巧克力、苦甜巧克力、黑巧克力、白巧克力或风味巧克力;或,

(b) 糖果组合物,诸如但不限于巧克力味组合物;或,

(c) 巧克力馅料,诸如但不限于置于巧克力壳内或烘焙产品内的巧克力馅料,其中所述烘焙产品能够是但不限于饼干、糕点、面包或蛋糕;或,

(d) 奶油馅料,诸如但不限于焙烤产品内的奶油馅料,其中所述焙烤产品能够是但不限于饼干、糕点、面包或蛋糕。

## 抗性糊精和制备抗性糊精的方法

[0001] 相关申请的交叉引用

[0002] 本申请要求2022年2月17日提交的欧洲专利申请22157207.6号的权益,该欧洲专利申请以引用方式全文并入本文。

### 技术领域

[0003] 本发明涉及抗性糊精和制备抗性糊精的方法。具体地,本发明涉及具有至少在食品和饮料产品中所需的物理性质的抗性糊精。具体地,本发明涉及制备具有至少在食品和饮料产品中所需的物理性质的抗性糊精的方法。

### 背景技术

[0004] 碳水化合物存在于一系列食品和饮料产品中,例如加工谷物、软饮料、面包、豆类、马铃薯、玉米和意大利面。存在于食品和饮料产品中的碳水化合物具有多种形式,其中最常见的是糖、纤维和淀粉。食品产品中发现的纤维通常称为膳食纤维,其存在于但不限于存在于蔬菜、水果、全谷物和豆类中。膳食纤维是源自植物的食品和饮料的不可消化部分,并且通常相对完整地穿过消化系统并离开消费者的身体。

[0005] 膳食纤维可分为两种形式:可溶性膳食纤维和不溶性膳食纤维。大多数食品和饮料产品,特别是源自植物的那些,含有不同量的可溶性和不溶性膳食纤维。可溶性膳食纤维溶解在水中并且可以形成凝胶状物质。含有可溶性膳食纤维的水果、谷物和蔬菜的示例包括但不限于燕麦、豌豆、豆类、苹果、柑橘类水果、胡萝卜和大麦。不溶性膳食纤维传统上用于食品和饮料产品中以提供所需的特性,例如营养、质地和/或口感。不溶性膳食纤维促进物质在消费者消化系统中的移动并增加粪便体积。含有不溶性膳食纤维的食品和饮料产品的示例包括但不限于全麦粉、麦麸、坚果、豆类和蔬菜,例如花椰菜、绿豆和马铃薯。

[0006] 为了提高膳食纤维含量或降低食品的热量含量,人们有兴趣开发适用于食品产品的成分,这些成分是可溶性的,要么是不可消化的,要么是在有限的程度上可消化的。这些成分还可具有一定的健康益处。

[0007] 此类成分的示例,特别是在食品和饮料产品中使用的可溶性膳食纤维的示例,在W02021081305、W02021108782、W02014100539、EP2418947、US2011020496、US9200087、EP561090、W02019023558、US9783619、W02011039151、US10479812和US8445460中进行了描述。

[0008] 可溶性膳食纤维可用于改变食品或饮料产品的质地、厚度、口感、主体或其他物理特性。可溶性膳食纤维的一个示例是抗性糊精。抗性糊精是通过糊精化过程的高度控制的部分水解和再聚合形成的。抗性糊精是通常通过淀粉的高温酸化获得的短链葡萄糖聚合物。除了存在于淀粉中的 $\alpha$ -1,4和 $\alpha$ -1,6糖苷键之外,所得的抗性糊精还含有 $\alpha$ -1,2和 $\alpha$ -1,3糖苷键。抗性糊精还可能含有 $\beta$ -1,6糖苷键的还原末端。由于 $\alpha$ -1,2、 $\alpha$ -1,3及 $\alpha$ -1,6糖苷键不能被人体中的各种消化酶分解,因此在进入人消化道后不能被小肠消化和吸收。因此,抗性糊精不能被人体消化,或仅有限程度地被人体消化。

[0009] 由于抗性糊精在消化系统中不被消化,因此用于食品和饮料产品中的产品中的抗性纤维是令人感兴趣的。在食品和饮料产品中使用的抗性糊精的示例在W02013015890、AU2011100495、US10988550、US20200385494和EP3409693中进行了描述。

[0010] 抗性糊精受到食品和饮料行业关注的一个原因是,抗性糊精可用于提高膳食纤维含量和/或降低食品或饮料的糖和热量含量。这些改变对于源自所得食品或饮料产品的健康益处非常重要。例如,由于抗性糊精不被小肠吸收,因此抗性糊精可以进入大肠并被各种益生菌用作营养物质,以实现膳食纤维的各种生理功能。第二示例是,由于抗性糊精不被吸收,抗性糊精也可用于产生饱腹感,因此抗性糊精可用作肥胖人群食品产品中的良好基质材料。第三个示例是,抗性糊精也可用于替代食品和饮料产品中热量含量较高的产品,例如含有高水平糖(例如蔗糖)的食品和饮料产品。

[0011] 人们持续需要可用于食品和/或饮料产品中的改进的抗性糊精。

## 发明内容

[0012] 本发明的代表性特征在以下条款中列出,这些代表性特征可以单独存在或者可以任何组合与本说明书的文字中公开的一个或多个特征组合。

[0013] 本发明如以下条款中所述:

[0014] 1. 一种颗粒形式的抗性糊精,所述抗性糊精具有:

[0015] 至多2.7的SPAN;以及

[0016] 0.60g/g至1.35g/g的油结合能力(OBC)。

[0017] 2. 根据条款1所述的抗性糊精,其中所述SPAN为至多2.15。

[0018] 3. 根据条款1或条款2所述的抗性糊精,其中所述OBC为0.80g/g至1.30g/g;或1.05g/g至1.25g/g,或1.12g/g。

[0019] 4. 根据条款1至3中任一项所述的抗性糊精,所述抗性糊精具有基于干固体计5重量%至20重量%、或10重量%至15重量%、或12重量%的右旋糖当量(DE)。

[0020] 5. 根据条款1至4中任一项所述的抗性糊精,所述抗性糊精具有至多5ppm、或至多2.5ppm、或至多1ppm的5-羟甲基糠醛(HMF)含量。

[0021] 6. 根据条款1至5中任一项所述的抗性糊精,所述抗性糊精具有在5%或更高的水分含量下测量时70°C或更低的玻璃化转变温度(Tg)。

[0022] 7. 根据条款1至6中任一项所述的抗性糊精,所述抗性糊精具有DP1和DP2含量,其中DP1和DP2以至多40重量%、或至多30重量%、或至多20重量%的组合重量%存在。

[0023] 8. 根据条款1至7中任一项所述的抗性糊精,所述抗性糊精具有:

[0024] 在1 $\mu$ m至40 $\mu$ m、或5 $\mu$ m至30 $\mu$ m、或10 $\mu$ m至20 $\mu$ m、或13 $\mu$ m至19 $\mu$ m范围内的D10;和/或,

[0025] 在5 $\mu$ m至100 $\mu$ m、或10 $\mu$ m至80 $\mu$ m、或20 $\mu$ m至60 $\mu$ m、或30 $\mu$ m至50 $\mu$ m、或35 $\mu$ m至45 $\mu$ m范围内的D50;和/或,

[0026] 在20 $\mu$ m至200 $\mu$ m、或30 $\mu$ m至150 $\mu$ m、或40 $\mu$ m至125 $\mu$ m、或50 $\mu$ m至100 $\mu$ m、或60 $\mu$ m至90 $\mu$ m、或70 $\mu$ m至85 $\mu$ m、或75 $\mu$ m至80 $\mu$ m范围内的D90。

[0027] 9. 根据条款1至8中任一项所述的抗性糊精,所述抗性糊精具有1000g/mol至2000g/mol、或1250g/mol至1750g/mol的重均分子量。

[0028] 10. 根据条款1至8中任一项所述的抗性糊精,其中单糖和二糖的总量基于干固体

计为至多25重量%、或至多20重量%、或至多15重量%、或至多12.5重量%、或至多10重量%、或至多5重量%、或至多2重量%、或至多1重量%、或至多0.5重量%。

[0029] 11. 根据条款1至10中任一项所述的抗性糊精,其中所述抗性糊精具有基本上球形的形态;任选地,其中所述抗性糊精具有基本上球形的形态并且是非附聚的。

[0030] 12. 根据条款1至11中任一项所述的抗性糊精,其中所述抗性糊精不包含山梨醇。

[0031] 13. 根据条款1至12中任一项所述的抗性糊精,所述抗性糊精具有 $0.05\text{m}^2\text{g}$ 至 $0.20\text{m}^2\text{g}$ 的比表面积,如通过Brunauer-Emmett-Teller (BET) 吸附方法所测量的;任选地,其中所述比表面积为 $0.10\text{m}^2\text{g}$ 至 $0.18\text{m}^2\text{g}$ ,如通过Brunauer-Emmett-Teller (BET) 吸附法所测量的。

[0032] 14. 根据条款1至13中任一项所述的抗性糊精,所述抗性糊精具有一定的润湿性,使得10g所述颗粒形式的抗性糊精在 $25^\circ\text{C}$ 下在至多20秒内完全浸没在250ml水中。任选地,其中所述润湿性使得10g所述抗性糊精在 $25^\circ\text{C}$ 下在至多15秒内、或至多10秒内、或至多5秒内完全浸没在250ml水中。

[0033] 15. 根据条款1至14中任一项所述的抗性糊精,其中所述抗性糊精的颜色为白色或接近白色;任选地,其中所述抗性糊精的Hunter Lab比色参数为95至100 (L);  $-1.5$ 至 $+1.5$  (a); 以及 $0$ 至 $+5$  (b); 任选地,其中所述Hunter Lab比色参数在色度计CR410上测量。

[0034] 16. 一种液体形式的抗性糊精,所述抗性糊精在干燥时是根据条款1至15中任一项所述的颗粒形式的抗性糊精。

[0035] 17. 一种液体形式的抗性糊精,所述液体形式的抗性糊精包含:

[0036] 根据条款1至15中任一项所述的颗粒形式的抗性糊精;以及水。

[0037] 18. 一种用于制备根据条款1至15中任一项所述的颗粒形式的抗性糊精的方法,所述方法包括:

[0038] (a) 提供糖进料,所述糖进料包含基于干固体计至少35重量%、或至少45重量%、或至少55重量%的右旋糖和/或右旋糖低聚物;

[0039] (b) 将所述糖进料加热至至少 $60^\circ\text{C}$ 的温度;

[0040] (c) 添加酸化催化剂以形成酸性组合物;

[0041] (d) 将所述酸性组合物加热至至少 $120^\circ\text{C}$ 、或至少 $140^\circ\text{C}$ 、或至少 $180^\circ\text{C}$ 、或至少 $190^\circ\text{C}$ ;

[0042] (e) 通过第一微装置注入所述酸性组合物,以使所述右旋糖和/或右旋糖低聚物与所述酸催化剂在水的存在下反应足以产生第一反应组合物的时间,其中至少60重量%、或至少70重量%、或至少80重量%、或至少85重量%的所述右旋糖和/或右旋糖低聚物已经反应,并且其中所述第一反应组合物包含60重量%至90重量%、或70重量%至80重量%、或75重量%的干固体;

[0043] (f) 从第一中间产物(第一反应组合物)中提取水,以获得包含至少90重量%、或95重量%、或98重量%干固体的贫水组合物;

[0044] (g) 通过第二微装置注入所述贫水组合物,以使任何未反应的右旋糖和/或右旋糖低聚物与所述酸催化剂在至少 $160^\circ\text{C}$ 、或 $180^\circ\text{C}$ 、或 $200^\circ\text{C}$ 、或至少 $210^\circ\text{C}$ 、或至少 $220^\circ\text{C}$ 的温度下反应足以产生第二反应组合物的时间,其中至少90重量%、或至少92重量%的所述右旋糖和/或右旋糖低聚物已经反应,并且其中所述第二反应组合物包含60重量%至80重量%、

或65重量%至75重量%、或70重量%的干固体；

[0045] (h) 精制所述第二反应组合物以形成精制的第二反应组合物；以及/或者

[0046] (i) 干燥所精制的第二反应组合物以产生所述抗性糊精。

[0047] 19. 根据条款18所述的方法，其中所述微装置包括适用于碳水化合物缩聚的微混合器、微热交换器和/或微反应器中的一者或多者。

[0048] 20. 根据条款18或条款19的方法，其中，其中所述方法还包括以下步骤：通过使所述第二反应组合物在重力作用下从所述第二微装置落入含有碱性溶液的容器中而将所述第二反应组合物收集在碱性溶液中。

[0049] 21. 根据条款18至20中任一项所述的方法，其中干燥所精制的第二反应组合物的步骤是通过喷雾干燥进行的；任选地，其中干燥所精制的第二反应组合物的步骤进行足够的时间量，直至所述抗性糊精具有至多10重量%水分、或至多7.5重量%水分、或至多6重量%水分。

[0050] 22. 一种组合物，所述组合物包含：

[0051] 根据条款1至15中任一项所述的颗粒形式的抗性糊精；以及水。

[0053] 23. 根据条款22所述的组合物，其中所述组合物包含55重量%至98重量%、或60重量%至90重量%、或65重量%至85重量%、或70重量%至80重量%、或72重量%的所述颗粒形式的抗性糊精。

[0054] 24. 一种形成液体形式的抗性糊精的方法，所述方法包括：

[0055] (a) 提供糖进料，所述糖进料包含基于干固体计至少35重量%、或至少45重量%、或至少55重量%的右旋糖和/或右旋糖低聚物；

[0056] (b) 将所述糖进料加热至至少60℃的温度；

[0057] (c) 添加酸化催化剂以形成酸性组合物；

[0058] (d) 将所述酸性组合物加热至至少120℃、或至少140℃、或至少180℃、或至少190℃；

[0059] (e) 通过第一微装置注入所述酸性组合物，以使所述右旋糖和/或右旋糖低聚物与所述酸催化剂在水的存在下反应足以产生第一反应组合物的时间，其中至少60重量%、或至少70重量%、或至少80重量%、或至少85重量%的所述右旋糖和/或右旋糖低聚物已经反应，并且其中所述第一反应组合物包含60重量%至90重量%、或70重量%至80重量%、或75重量%的干固体；

[0060] (f) 从所述第一反应组合物中提取所述水，以获得包含至少90重量%、或95重量%、或98重量%干固体的贫水组合物；

[0061] (g) 通过第二微装置注入所述贫水组合物，以使任何未反应的右旋糖和/或右旋糖低聚物与所述酸催化剂在至少160℃、或180℃、或200℃、或至少210℃、或至少220℃的温度下反应足以产生第二反应组合物的时间，其中至少90重量%、或至少92重量%的所述右旋糖和/或右旋糖低聚物已经反应，并且其中所述第二反应组合物包含60重量%至80重量%、或65重量%至75重量%、或70重量%的干固体；以及/或者

[0062] (h) 精制所述第二反应组合物以形成所述液体形式的抗性糊精。

[0063] 25. 根据条款24所述的方法，其中所述方法还包括以下步骤：

[0064] (i) 干燥所述液体形式的抗性糊精以产生部分干燥的液体形式的抗性糊精；

[0065] 任选地,其中所述部分干燥的液体形式的抗性糊精包含76重量%至86重量%、或74重量%至85重量%、或75重量%至84重量%、或78重量%至82重量%的抗性糊精;各重量%的余量基本上是水。

[0066] 26.一种液体形式的抗性糊精,所述抗性糊精是通过或能够通过根据条款24或条款25所述的方法获得的。

[0067] 27.一种食品产品,所述食品产品包含根据条款1至15中任一项所述的颗粒形式的抗性糊精和/或根据条款16、17和/或26中任一项所述的液体形式的抗性糊精。

[0068] 28.根据条款27所述的食品产品,其中所述颗粒形式的抗性糊精和/或所述液体形式的抗性糊精被置于具有10重量%或更少的水、或7.5重量%或更少的水、或6重量%或更少的水的食品产品的相中;

[0069] 29.根据条款28所述的食品产品,其中所述颗粒形式的抗性糊精和/或所述液体形式的抗性糊精分散在食品基质的脂质相中。

[0070] 30.根据条款27至29中任一项所述的食品产品,其中所述食品产品是:

[0071] (a) 巧克力,诸如但不限于牛奶巧克力、苦甜巧克力、黑巧克力、白巧克力或风味巧克力;或,

[0072] (b) 糖果组合物,诸如但不限于巧克力味组合物;或,

[0073] (c) 巧克力馅料,诸如但不限于置于巧克力壳内或烘焙产品内的巧克力馅料,其中所述烘焙产品能够是但不限于饼干、糕点、面包或蛋糕;或,

[0074] (d) 奶油馅料,诸如但不限于焙烤产品内的奶油馅料,其中所述焙烤产品能够是但不限于饼干、糕点、面包或蛋糕。

## 具体实施方式

[0075] 下文将更全面地描述本公开的实施方案。然而,权利要求的实施方案可以多种不同的形式体现,并且不应被解释为限于本文所述的实施方案。

[0076] 词语“包含”、“具有”、“含有”和“包括”以及它们的其他形式旨在含义上是等同的并且是开放式的,因为这些词语中的任一个之后的一个或多个项目并不意味着是此类一个或多个项目的穷尽列表,或者意味着仅限于所列出的一个或多个项目。还必须注意,除非上下文另外明确指示,否则如在本文和所附权利要求中所使用的,单数形式“一个/种”和“该/所述”包括复数指代。尽管在实践或测试本公开的实施方案时可以使用与本文所述系统和方法类似或等同的任何系统和方法,但现在描述优选的系统和方法。

[0077] 下面列出了用于描述本发明的一些术语:

[0078] “附聚”是指颗粒聚集、簇集或生长在一起。附聚通常称为粒度增大。虽然粉末附聚导致颗粒看起来明显不同,但从化学角度来说,固体颗粒与附聚之前相同。唯一的区别是,附聚的颗粒通过在颗粒之间留下空隙的结合机制保持在一起。这些空隙导致产品多孔,这使得附聚的材料比松散的粉末更易溶解和渗透。

[0079] “Brunauer-Emmett-Teller”(BET)是指通过气体吸附分析对物质比表面积的多点测量,其中惰性气体(例如氮气)连续流过固体样品,或固体样品悬浮在限定的气体体积中。

[0080] “CIELAB颜色空间”(也称为CIE L\*A\*B\*)是指表示一般人眼可见的所有颜色的3D颜色模型。CIELAB颜色空间基于三个轴,亮度从黑色(0)到白色(100)的L\*、从绿色(-128)到

红色(+128)的 $a^*$ 、从蓝色(-128)到黄色(+128)的 $b^*$ 。这三个颜色参数定义了物体或样品的真实颜色。如果需要将样品的颜色与标准(或参考材料)进行比较,则将色差计算为 $\Delta$ 值(样品值-标准值=色差)。如果 $\Delta L^*$ 为正,则样品比标准品更亮。如果 $\Delta L^*$ 为负,则它比标准品更暗。如果 $\Delta a^*$ 为正,则样品比标准品更红(或更少绿)。如果 $\Delta a^*$ 为负,则它比标准品更绿(或更少红)。如果 $\Delta b^*$ 为正,则样品比标准品更黄(或更少蓝)。如果 $\Delta b^*$ 为负,则它比标准品更蓝(或更少黄)。总色差由 $\Delta E_{00}$ 值确定。 $\Delta E_{00}$ 值是一个计算值,它考虑了样品和标准品的 $L^*$ 、 $a^*$ 和 $b^*$ 值之间的差异。人眼可以从 $\Delta E_{00}$ 值为1时检测到色差。

[0081] “Hunter Lab比色参数”是指基于对立颜色理论的颜色标度。该理论假设人眼中的受体将颜色感知为以下的相反对。Hunter Lab颜色参数被描述为(L, a, b)坐标,其中L是亮对暗的比例,其中低数(0-50)表示暗而高数(51-100)表示亮;a是红色对绿色的标度,其中正数表示红色,而负数表示绿色;b是黄色对蓝色的标度,其中正数表示黄色,而负数表示蓝色。需要所有三个值来完整地描述物体的颜色。

[0082] “D10”是指粒度分布参数,表示粒度分布中的某个尺寸,其中总颗粒的10%小于该尺寸。

[0083] “D50”是指粒度分布参数,表示粒度分布中的某个尺寸,其中总颗粒的50%小于该尺寸且总颗粒的50%大于该尺寸。

[0084] “D90”是指粒度分布参数,表示粒度分布中的某个尺寸,其中总颗粒的90%小于该尺寸。

[0085] “聚合度”(DP)是指低聚物中单体单元的数量。例如,DP1含有一个单体单元,示例包括但不限于果糖或葡萄糖。再例如,DP2含有两个单体单元,示例包括但不限于麦芽糖(其为两个葡萄糖单元的葡萄糖聚合物)。DP1和/或DP2的百分比以干物质为基础表示:假定组合物不含任何水分。

[0086] “糊精”是指通过淀粉或糖原的水解产生的低分子量碳水化合物。低分子量碳水化合物通常是通过 $\alpha$ -1,4或 $\alpha$ -1,6糖苷键连接的D-葡萄糖单元的聚合物的混合物。可以从淀粉生产糊精的方法的示例包括但不限于(a)使用酶(例如淀粉酶)进行酶消化;或者(b)在酸性条件下加热。糊精的示例包括但不限于焦糊精、糊精低聚物、麦芽糖糊精和环糊精。

[0087] “右旋糖当量”(DE)是指糖产品中存在的还原糖的量,表示为相对于右旋糖的干基百分比。

[0088] “二糖”是指由彼此连接的两个单糖分子(即单糖)组成的任何物质。二糖的示例包括但不限于蔗糖、乳糖和麦芽糖。

[0089] “基本上为水”是指其中可存在痕量其他化合物的水。在一些示例中,术语“基本上为水”是水。

[0090] “Fibersol-2NONGMO”是指由Archer Daniels Midland Company销售的一种示例抗性糊精。使用的纤维是Fibersol-2NONGMO(抗性麦芽糖糊精)013301,ADM。

[0091] “食品基质”是指如下的物理域:含有食品的特定成分(例如营养物质)和/或与食品的特定成分相互作用,从而提供与这些成分在分离或游离状态下所表现出的功能和行为不同的功能和行为。

[0092] “流动性指数(FFC)”是指粉末的流动性。FFC用以下公式计算: $FFC = \sigma_1 / \sigma_c$ ,其中 $\sigma_1$ 是主要固结应力,并且 $\sigma_c$ 是无侧限屈服强度。该比率是流动性的指标,可用于流动性进行分

类。当计算FFC时,使用可变压力来绘制称为流动函数( $\sigma_c = f(\sigma_1)$ )的曲线。通过流动函数,可以计算粉末的流动性指数。

[0093] “Frutafit<sup>®</sup>HD”是指由Sensus生产的示例菊粉。菊粉是一种在植物中发现的可溶性膳食纤维。

[0094] “玻璃化转变温度”(T<sub>g</sub>)是指材料随着温度升高而从坚硬且相对易碎的“玻璃态”状态转变为粘性或“橡胶态”相的温度。材料发生相变的温度取决于多种因素,包括但不限于分子结构、分子量、水分含量和可充当增塑剂的低分子量材料的量。

[0095] “微装置”是指通过微技术和精密工程的方法至少部分制造的微化反应容器。微装置流体通道的内部结构尺寸可能有很大差异,但通常在亚微米至亚毫米范围内。微装置最常见但不一定设计成具有微通道结构,并且通常通过包括但不限于微技术、精密工程和3D打印的方法制造。这些结构包含许多通道,并且每个微通道用于转化少量材料。不形成专用通道的自由微结构形状也是可能的。自由微结构形状可通过使用3D打印来制造。可使用几种材料诸如硅、石英、玻璃、金属和聚合物来构建微装置。

[0096] “微混合器”是指静态或动态微混合器、扩散型微混合器、旋风型微混合器、多层微混合器、聚焦微混合器或分离和重组微混合器。微混合器的示例在PCT/EP2011/000193中进行了描述。

[0097] “水分”是指在固体内以蒸汽形式少量扩散的水或另一液体。少量蒸汽可定量为小于13重量%,或小于10重量%,或小于7.5重量%,或小于6重量%。

[0098] “单糖”是指由直链或环状分子中的三至七个碳组成的单糖。单糖的示例包括但不限于葡萄糖、半乳糖和果糖。

[0099] “接近白色”是指可使用Hunter Lab比色参数表示的颜色。接近白色的Hunter Lab比色参数为96至低于100(L)、-1.5至+1.5(a)和0至+4(b)。

[0100] “非附聚”是指颗粒不聚集、簇集或生长在一起。

[0101] “Nutriose FM10”是指由Roquette<sup>®</sup>销售的示例抗性糊精。

[0102] “Nutriose FM6”是指由Roquette<sup>®</sup>销售的示例抗性糊精。

[0103] “油结合能力”(OBC)是指每克样品中物质或产品可保留(结合)的油量的量度。对于食品或饮料产品,具有最佳OBC的抗性糊精非常重要,因为OBC会影响其流变性和硬度:OBC值过高会导致不期望的硬质地,而OBC值过低会导致油从产品中渗出。具体地,该现象涉及含有脂肪的糖果产品。

[0104] “颗粒形式”是指D<sub>10</sub>在1 $\mu$ m至100 $\mu$ m范围内、D<sub>50</sub>在1 $\mu$ m至150 $\mu$ m范围内且D<sub>90</sub>在1 $\mu$ m至300 $\mu$ m范围内的一种或多种颗粒的组合。颗粒形式可以是完全均匀的。另选地,颗粒形式不一定是完全均匀的。

[0105] “Promitor SGF 70R”和“Promitor SGF 70L”是指由Tate&Lyle销售的示例抗性糊精。基于干固体计,抗性糊精包含至少70重量%的抗性糊精。该纤维来源于可溶性玉米纤维。Promitor SGF 70R是粉末形式的抗性糊精,而Promitor SGF 70L是液体形式的抗性糊精。

[0106] “Promitor NGR 85”是指由Tate&Lyle销售的示例抗性糊精。基于干固体计,抗性糊精包含至少85重量%的抗性糊精。该纤维来源于可溶性玉米纤维。

[0107] “抗性糊精”是指对存在于小肠中的消化酶具有抗性或部分抗性的糊精。除了例如存在于淀粉中的 $\alpha$ -1,4和 $\alpha$ -1,6糖苷键之外,抗性糊精还含有 $\alpha$ -1,2和 $\alpha$ -1,3糖苷键。抗性糊精还含有可能含有 $\beta$ -1,6糖苷键的抗性糊精的还原末端。 $\alpha$ -1,3、 $\alpha$ -1,2和 $\alpha$ -1,6糖苷键不能被人体中的各种消化酶分解,从而有助于酶抗性。抗性糊精可以是颗粒形式或液体形式。

[0108] “SPAN”是指用于定义物质的粒度分布的值。SPAN是根据D90、D10和D50计算得出的,公式为:(D90-D10)/D50。SPAN可以指示10%点与90%点之间的差距,用中点归一化。

[0109] “重量%”是指每100克组合物中组合物的组分以克计的重量百分比。例如,如果抗性糊精含有10重量%的DP1,则每100g抗性糊精有10g DP1。

[0110] “重均分子量”是指聚合物样品中分子的重均分数,并提供聚合物样品中各个大分子的分子质量的平均值。重均分子量可用下式计算: $M_w = \frac{\sum N_i M_i^2}{\sum N_i M_i}$ ,其中 $M_w$ 是重均分子量,而 $N_i$ 是分子质量 $M_i$ 的分子数。

[0111] “润湿性”是指给定量的粉末在特定温度下并且在没有任何搅拌的情况下渗透水的静止表面所必需的时间(通常以秒为单位)。换句话说,可湿性是粉末在其表面吸收水并变湿的能力。

[0112] “白色”是指可使用Hunter Lab比色参数表示的颜色。白色具有参数:100(L)、0(a)、0(b)。

[0113] 抗性糊精(颗粒形式)

[0114] 粉末(颗粒)形式的抗性糊精具有本文所述的多种所需特性,从而为在食品和/或饮料产品中使用提供了改进的抗性糊精。

[0115] 在一些示例中,抗性糊精具有至多2.7的SPAN。另选地,抗性糊精具有至多2.15、或至多2、或至多1.8、或至多1.6、或至多1.4的SPAN。

[0116] 在一些示例中,抗性糊精具有0.05m<sup>2</sup>/g至0.20m<sup>2</sup>/g的比表面积,如通过Brunauer-Emmett-Teller(BET)吸收方法所测量的。另选地,抗性糊精具有0.75m<sup>2</sup>/g至1.19m<sup>2</sup>/g、或0.1m<sup>2</sup>/g至0.18m<sup>2</sup>/g、或0.12m<sup>2</sup>/g至0.18m<sup>2</sup>/g的比表面积,如通过Brunauer-Emmett-Teller(BET)吸收方法所测量的。

[0117] 在一些示例中,抗性糊精具有0.60g/g至1.35g/g的OBC。另选地,抗性糊精具有0.70g/g至1.33g/g、或0.8g/g至1.25g/g、或0.9g/g至1.20g/g、或1.0g/g至1.15g/g的OBC。

[0118] 在一些示例中,抗性糊精具有一定的润湿性,使得10g颗粒形式的抗性糊精在25℃下在至多20秒内完全浸没在250ml水中。另选地,抗性糊精具有一定的润湿性,使得10g颗粒形式的抗性糊精在25℃下在至多17.5秒、或至多15秒、或至多12.5秒、或至多10秒、或至多7.5秒、或至多5秒内完全浸没在250ml水中。

[0119] 在一些示例中,抗性糊精的颜色为白色或接近白色。另选地,抗性糊精的Hunter Lab比色参数为95至100(L);-1.5至+1.5(a);以及0至+5(b)。另选地,抗性糊精的Hunter Lab比色参数为96至100(L);-1.4至+1.4(a);以及0至+4(b)。任选地,Hunter Lab比色参数在色度计CR410上测量。

[0120] 在一些示例中,抗性糊精具有在1 $\mu$ m至40 $\mu$ m、或5 $\mu$ m至30 $\mu$ m、或10 $\mu$ m至20 $\mu$ m、或13 $\mu$ m至19 $\mu$ m范围内的D10。另选地,抗性糊精具有在不超过40 $\mu$ m、或不超过35 $\mu$ m、或不超过30 $\mu$ m范围内的D10。另选地,抗性糊精具有在15 $\mu$ m至35 $\mu$ m、或2 $\mu$ m至26 $\mu$ m、或3 $\mu$ m至24 $\mu$ m、或6 $\mu$ m至14 $\mu$ m、或20 $\mu$ m至40 $\mu$ m、或1 $\mu$ m至20 $\mu$ m、或1 $\mu$ m至15 $\mu$ m、或1 $\mu$ m至10 $\mu$ m、或1 $\mu$ m至5 $\mu$ m、或3 $\mu$ m至40 $\mu$ m、或3

$\mu\text{m}$ 至 $35\mu\text{m}$ 、或 $3\mu\text{m}$ 至 $30\mu\text{m}$ 、或 $3\mu\text{m}$ 至 $15\mu\text{m}$ 、或 $3\mu\text{m}$ 至 $10\mu\text{m}$ 、或 $5\mu\text{m}$ 至 $40\mu\text{m}$ 、或 $5\mu\text{m}$ 至 $35\mu\text{m}$ 、或 $5\mu\text{m}$ 至 $30\mu\text{m}$ 、或 $5\mu\text{m}$ 至 $25\mu\text{m}$ 、或 $5\mu\text{m}$ 至 $15\mu\text{m}$ 、或 $5\mu\text{m}$ 至 $10\mu\text{m}$ 、或 $10\mu\text{m}$ 至 $40\mu\text{m}$ 、或 $10\mu\text{m}$ 至 $35\mu\text{m}$ 、或 $10\mu\text{m}$ 至 $30\mu\text{m}$ 、或 $10\mu\text{m}$ 至 $25\mu\text{m}$ 、或 $10\mu\text{m}$ 至 $20\mu\text{m}$ 、或 $15\mu\text{m}$ 至 $40\mu\text{m}$ 、或 $15\mu\text{m}$ 至 $35\mu\text{m}$ 、或 $15\mu\text{m}$ 至 $30\mu\text{m}$ 、或 $15\mu\text{m}$ 至 $25\mu\text{m}$ 、或 $15\mu\text{m}$ 至 $20\mu\text{m}$ 、 $20\mu\text{m}$ 至 $40\mu\text{m}$ 、或 $20\mu\text{m}$ 至 $35\mu\text{m}$ 、或 $20\mu\text{m}$ 至 $30\mu\text{m}$ 、或 $20\mu\text{m}$ 至 $25\mu\text{m}$ 范围内的D10。

[0121] 在一些示例中,抗性糊精具有在 $5\mu\text{m}$ 至 $100\mu\text{m}$ 、或 $10\mu\text{m}$ 至 $80\mu\text{m}$ 、或 $20\mu\text{m}$ 至 $60\mu\text{m}$ 、或 $30\mu\text{m}$ 至 $50\mu\text{m}$ 、或 $35\mu\text{m}$ 至 $45\mu\text{m}$ 范围内的D50。另选地,抗性糊精具有在 $5\mu\text{m}$ 至 $100\mu\text{m}$ 、或 $5\mu\text{m}$ 至 $95\mu\text{m}$ 、或 $60\mu\text{m}$ 至 $95\mu\text{m}$ 范围内的D50。另选地,抗性糊精具有在 $5\mu\text{m}$ 至 $110\mu\text{m}$ 、或 $5\mu\text{m}$ 至 $95\mu\text{m}$ 、或 $5\mu\text{m}$ 至 $90\mu\text{m}$ 、或 $5\mu\text{m}$ 至 $75\mu\text{m}$ 、或 $5\mu\text{m}$ 至 $60\mu\text{m}$ 、或 $5\mu\text{m}$ 至 $45\mu\text{m}$ 、或 $5\mu\text{m}$ 至 $30\mu\text{m}$ 、或 $5\mu\text{m}$ 至 $25\mu\text{m}$ 、或 $5\mu\text{m}$ 至 $15\mu\text{m}$ 、或 $8\mu\text{m}$ 至 $60\mu\text{m}$ 、或 $8\mu\text{m}$ 至 $45\mu\text{m}$ 、或 $8\mu\text{m}$ 至 $30\mu\text{m}$ 、或 $8\mu\text{m}$ 至 $25\mu\text{m}$ 、或 $8\mu\text{m}$ 至 $20\mu\text{m}$ 、或 $8\mu\text{m}$ 至 $15\mu\text{m}$ 、或 $10\mu\text{m}$ 至 $100\mu\text{m}$ 、或 $10\mu\text{m}$ 至 $85\mu\text{m}$ 、或 $10\mu\text{m}$ 至 $95\mu\text{m}$ 、或 $10\mu\text{m}$ 至 $90\mu\text{m}$ 、或 $10\mu\text{m}$ 至 $75\mu\text{m}$ 、或 $10\mu\text{m}$ 至 $60\mu\text{m}$ 、或 $10\mu\text{m}$ 至 $45\mu\text{m}$ 、或 $10\mu\text{m}$ 至 $30\mu\text{m}$ 、或 $10\mu\text{m}$ 至 $25\mu\text{m}$ 、或 $10\mu\text{m}$ 至 $20\mu\text{m}$ 、或 $10\mu\text{m}$ 至 $15\mu\text{m}$ 、或 $20\mu\text{m}$ 至 $100\mu\text{m}$ 、或 $20\mu\text{m}$ 至 $95\mu\text{m}$ 、或 $20\mu\text{m}$ 至 $90\mu\text{m}$ 、或 $20\mu\text{m}$ 至 $75\mu\text{m}$ 、或 $20\mu\text{m}$ 至 $60\mu\text{m}$ 、或 $20\mu\text{m}$ 至 $45\mu\text{m}$ 、或 $20\mu\text{m}$ 至 $30\mu\text{m}$ 、或 $20\mu\text{m}$ 至 $25\mu\text{m}$ 、或 $25\mu\text{m}$ 至 $100\mu\text{m}$ 、或 $25\mu\text{m}$ 至 $75\mu\text{m}$ 、或 $25\mu\text{m}$ 至 $50\mu\text{m}$ 、或 $50\mu\text{m}$ 至 $100\mu\text{m}$ 、或 $50\mu\text{m}$ 至 $75\mu\text{m}$ 、或 $50\mu\text{m}$ 至 $100\mu\text{m}$ 、或 $50\mu\text{m}$ 至 $75\mu\text{m}$ 、或 $75\mu\text{m}$ 至 $100\mu\text{m}$ 范围内的D50。

[0122] 在一些示例中,抗性糊精具有在 $20\mu\text{m}$ 至 $200\mu\text{m}$ 、或 $30\mu\text{m}$ 至 $150\mu\text{m}$ 、或 $40\mu\text{m}$ 至 $125\mu\text{m}$ 、或 $50\mu\text{m}$ 至 $100\mu\text{m}$ 、或 $60\mu\text{m}$ 至 $90\mu\text{m}$ 、或 $70\mu\text{m}$ 至 $85\mu\text{m}$ 、或 $75\mu\text{m}$ 至 $80\mu\text{m}$ 范围内的D90。另选地,抗性糊精具有在 $20\mu\text{m}$ 至 $175\mu\text{m}$ 、或 $20\mu\text{m}$ 至 $160\mu\text{m}$ 、或 $20\mu\text{m}$ 至 $100\mu\text{m}$ 范围内的D90。另选地,抗性糊精具有在 $20\mu\text{m}$ 至 $200\mu\text{m}$ 、或 $20\mu\text{m}$ 至 $180\mu\text{m}$ 、或 $10\mu\text{m}$ 至 $160\mu\text{m}$ 、或 $20\mu\text{m}$ 至 $140\mu\text{m}$ 、或 $20\mu\text{m}$ 至 $100\mu\text{m}$ 、或 $20\mu\text{m}$ 至 $80\mu\text{m}$ 、或 $20\mu\text{m}$ 至 $60\mu\text{m}$ 、或 $20\mu\text{m}$ 至 $40\mu\text{m}$ 、或 $40\mu\text{m}$ 至 $200\mu\text{m}$ 、或 $40\mu\text{m}$ 至 $180\mu\text{m}$ 、或 $40\mu\text{m}$ 至 $160\mu\text{m}$ 、或 $40\mu\text{m}$ 至 $140\mu\text{m}$ 、或 $40\mu\text{m}$ 至 $120\mu\text{m}$ 、或 $40\mu\text{m}$ 至 $100\mu\text{m}$ 、或 $40\mu\text{m}$ 至 $80\mu\text{m}$ 、或 $40\mu\text{m}$ 至 $60\mu\text{m}$ 、或 $60\mu\text{m}$ 至 $200\mu\text{m}$ 、或 $60\mu\text{m}$ 至 $180\mu\text{m}$ 、或 $60\mu\text{m}$ 至 $160\mu\text{m}$ 、或 $60\mu\text{m}$ 至 $140\mu\text{m}$ 、或 $60\mu\text{m}$ 至 $120\mu\text{m}$ 、或 $60\mu\text{m}$ 至 $100\mu\text{m}$ 、或 $60\mu\text{m}$ 至 $80\mu\text{m}$ 、或 $80\mu\text{m}$ 至 $200\mu\text{m}$ 、或 $100\mu\text{m}$ 至 $200\mu\text{m}$ 、或 $150\mu\text{m}$ 至 $200\mu\text{m}$ 、或 $80\mu\text{m}$ 至 $150\mu\text{m}$ 、或 $100\mu\text{m}$ 至 $150\mu\text{m}$ 范围内的D90。

[0123] 在一些示例中,抗性糊精包含DP1和DP2,其中DP1和DP2以至多40重量%、或至多30重量%、或至多20重量%的组合重量%存在。

[0124] 在一些示例中,抗性糊精包括单糖和二糖。存在的单糖和二糖主要是但不限于葡萄糖和葡萄糖二糖,例如麦芽糖和异麦芽糖。可以存在其他单糖和二糖。优选地,抗性糊精的单糖和二糖的总量基于干固体计为至多25重量%、或至多20重量%、或至多15重量%、或至多12.5重量%、或至多10重量%、或至多5重量%、或至多2重量%、或至多1重量%、或至多0.5重量%。

[0125] 在一些示例中,抗性糊精不含5-羟甲基糠醛(HMF)。HMF是在糊精的制造过程中不期望地形成的化合物。所谓不含HMF,在本文中应理解为抗性糊精具有至多5ppm、或至多2.5ppm、或至多1ppm的HMF总量。

[0126] 在一些示例中,抗性糊精具有基于干固体计5重量%至20重量%、或7.5重量%至18重量%、或5重量%至17重量%、或7.5重量%至16重量%、或10重量%至15重量%、或12重量%的聚合度(DE)。

[0127] 在一些示例中,抗性糊精具有 $1000\text{g/mol}$ 至 $2000\text{g/mol}$ 、或 $1250\text{g/mol}$ 至 $1750\text{g/mol}$ 的重均分子量。抗性糊精的粘度取决于重均分子量。在具体情况下,最终产品需要特定的粘

度,因此低重均分子量有利于降低抗性糊精对产品粘度的影响。

[0128] 在一些示例中,当66.7重量%的抗性粉末溶解于水中时,抗性糊精在25°C的温度下具有40mPa.s至80mPa.s、或50mPa.s至70mPa.s、或55mPa.s至65mPa.s、或58mPa.s至63mPa.s、或614MPa.s的粘度。

[0129] 在一些示例中,抗性糊精在5重量%或更多的水分含量下具有小于80°C的Tg,或抗性糊精在8重量%或更多的水分含量下具有小于40°C的Tg,或抗性糊精在12重量%或更多的水分含量下具有小于20°C的Tg。

[0130] 在一些示例中,抗性糊精具有6至10、或6.5至10、或7至9、或7.5至8.5、或7.9至8.1、或7.97的流动性指数(FFC)。

[0131] 在一些示例中,抗性糊精具有至多13重量%水分、或至多10重量%水分、或至多7.5重量%水分、或至多6重量%水分的水分含量。

[0132] 抗性糊精(液体形式)

[0133] 本发明的另一方面涉及液体形式的抗性糊精。

[0134] 在一些示例中,液体形式的抗性糊精包含抗性糊精和水。

[0135] 优选地,液体形式的抗性糊精包含60重量%至75重量%、或65重量%至75重量%、或67.5重量%至72.5重量%、或70重量%至72重量%、或71重量%的抗性糊精;各重量%的余量基本上是水。

[0136] 有利地,在干燥之后,液体形式的抗性糊精是如上所述的抗性糊精(在“抗性糊精(颗粒形式)”副标题之后)。

[0137] 抗性糊精(颗粒形式)的制造方法

[0138] 本发明的另一方面涉及一种制备(颗粒形式的)的抗性糊精的方法。制备抗性糊精(颗粒形式)的方法包括以下步骤:

[0139] (a) 提供糖进料,所述糖进料包含基于干固体计至少35重量%、或至少45重量%、或至少55重量%的右旋糖和/或右旋糖低聚物;

[0140] (b) 将所述糖进料加热至至少60°C的温度;

[0141] (c) 添加酸化催化剂以形成酸性组合物;

[0142] (d) 将酸性组合物加热至至少120°C、或至少140°C、或至少180°C、

[0143] 或至少190°C;

[0144] (e) 通过第一微装置注入酸性组合物,以使右旋糖和/或右旋糖低聚物与酸催化剂在水的存在下反应足以产生第一反应组合物的时间,其中至少60重量%、或至少70重量%、或至少80重量%、或至少

[0145] 85重量%的右旋糖和/或右旋糖低聚物已经反应,并且其中第一反应组合物包含60重量%至90重量%、或70重量%至80重量%、或

[0146] 75重量%的干固体;

[0147] (f) 从第一中间产物(第一反应组合物)中提取水,以获得包含至少90重量%、或95重量%、或98重量%干固体的贫水组合物;

[0148] (g) 通过第二微装置注入所述贫水组合物,以使任何未反应的右旋糖和/或右旋糖低聚物与所述酸催化剂在至少160°C、或180°C、或200°C、或至少210°C、或至少220°C的温度下反应足以产生第二反应组合物的时间,其中至少90重量%、或至少92重量%的所述右旋

糖和/或右旋糖低聚物已经反应,并且其中所述第二反应组合物包含60重量%至80重量%、或65重量%至75重量%、或70重量%的干固体;

[0149] (h) 精制所述第二反应组合物以形成精制的第二反应组合物;

[0150] (i) 干燥所精制的第二反应组合物以产生所述抗性糊精。

[0151] 在步骤(b)期间,优选使用在40°C至60°C、或45°C至55°C、或50°C下操作的加热梯度。优选地,加热梯度以每秒100°C的加热速率操作。

[0152] 在步骤(e)期间,足以产生第一反应组合物的时间为1至30秒、或5至20秒、或7.5至15秒、或10秒。

[0153] 在步骤(f)期间,优选使用闪蒸罐从第一反应组合物(在本文中也称为第一中间产物)中提取水。优选地,闪蒸罐保持在大气压下,以使反应物质膨胀,并因此允许存在的任何水以蒸汽的形式除去。

[0154] 在步骤(g)期间,足以产生第二反应组合物的时间为1至30秒、或5至20秒、或7.5至15秒、或10秒。

[0155] 在步骤(h)期间,第二反应组合物可通过脱色来精制。为了使抗性糊精脱色,将第二反应组合物与腐蚀剂和氧化剂合并以形成混合物。优选地,腐蚀剂是氢氧化钠、氢氧化钾、氢氧化钙和/或它们的组合。优选地,腐蚀剂以将混合物的pH维持在5至10pH、或5.5至8pH、或6至6.5pH的重量%存在。优选地,氧化剂是过氧化氢,但也可以使用其他氧化剂,诸如次氯酸盐、高锰酸盐等。优选地,氧化剂以1重量%至10重量%存在。将混合物在至少55°C、或至少65°C、或至少75°C、或至少85°C、或至少95°C的温度下保持足以使第二反应组合物脱色的时间。优选地,足以使第二反应组合物脱色的时间为至少60分钟、或至少90分钟、或至少120分钟、或至少300分钟、或足以实现所需颜色的时间。优选地,调节脱色的第二反应组合物的水含量直至水含量为至少10重量%、或至少20重量%、或至少25重量%、或至少30重量%。

[0156] 在步骤(h)期间,第二反应组合物可通过与活性炭接触来进一步精制。使第二反应组合物与含有活性炭的粉末接触,优选地,该粉末为粗粉,例如D50为至少500 $\mu\text{m}$ 或至少1000 $\mu\text{m}$ 的粉末。优选地,使第二反应组合物与含有活性炭的粉末在至多100°C、或至多90°C、或至多80°C、或至多70°C的温度下接触。优选地,使第二反应组合物与含有活性炭的粉末接触至少10分钟、或至少60分钟、或至少120分钟的时间。更优选地,使第二反应组合物与含有活性炭的粉末接触10分钟至240分钟、或60分钟至180分钟、或60至120分钟的时间。

[0157] 在步骤(h)期间,优选地使第二反应组合物进行中和反应,以中和脱色留下的任何残余氧化剂。优选地,用亚硫酸氢钠进行中和。优选地,将氧化剂中和至至多5ppm、或至多2.5ppm、或至多1ppm、或至多0.5ppm的水平。然后可以过滤第二反应组合物以除去活性炭。

[0158] 在步骤(h)期间,第二反应组合物可通过冷却然后进行电渗析来进一步精制。将第二反应组合物冷却至至多50°C、或至多45°C的温度。冷却的第二反应组合物可进行电渗析反应。优选地,电渗析反应除去至少50重量%、或至少60重量%、或至少70重量%、或至少80重量%的盐。

[0159] 在步骤(h)期间,第二反应组合物可通过进行离子交换过程来进一步精制。优选地,第二反应组合物经历离子交换过程直至第二反应组合物具有至多10重量%、或至多5重量%、或至多2.5重量%、或至多1重量%的盐水平。

[0160] 在步骤(h)期间,第二反应组合物可通过与活性炭接触来精制。可以使第二反应组合物与含有活性炭的粉末接触。优选地,粉末为粗粉。优选地,使第二反应组合物与粉末在至少20℃、或至少25℃、或至少30℃的温度下接触。优选地,使第二反应组合物与粉末接触足以将存在的任何HMF去除至至多5ppm、或至多2.5ppm、或至多1ppm的水平的时间。然后过滤第二反应组合物以除去活性炭。优选地,所用的过滤器是无菌过滤器。有利地,制备抗性糊精的方法导致所得产物中降解产物诸如呋喃、糠醛和5-羟甲基糠醛(5HMF)的形成减少。

[0161] 在步骤(h)期间,第二反应组合物可通过进行水蒸发来进一步精制。优选地,水蒸发在薄膜蒸发器、降膜蒸发器或板式蒸发器上进行。优选地,将水蒸发直至第二反应组合物具有至少50重量%、或至少60重量%、或至少70重量%、或至少72重量%的干固体含量。然后用水稀释第二反应组合物,直至达到至少20重量%、或至少40重量%、或至少50重量%、或至少55重量%的干固体含量。

[0162] 在步骤(h)期间,第二反应组合物可通过巴氏灭菌来进一步精制。优选地,巴氏灭菌在至少70℃、或至少80℃、或至少90℃、或至少95℃的温度下进行。

[0163] 在步骤(i)期间,优选地通过使用喷雾干燥来干燥(精制的)第二反应组合物。另一种干燥方法包括但不限于带式干燥。可用于喷雾干燥(精制的)第二反应组合物的装置的示例包括但不限于双流体喷嘴喷雾干燥器、单流体喷嘴喷雾干燥器、旋转雾化器喷雾干燥器、高压喷嘴喷雾干燥器和/或蒸汽辅助雾化喷雾干燥器、小规模喷雾干燥装置诸如Buchi (Buchi, CH) 喷雾干燥器和中试规模喷雾干燥器诸如Niro MOBILE MINOR™、配备有旋转雾化器的Anhydro PSD55喷雾干燥器、型号MM-IN喷雾干燥器以及大规模干燥装置诸如具有集成带和喷嘴雾化器的并流式喷雾干燥器(诸如Filtermat™)、具有旋转雾化器的并流锥形底座(诸如单级喷雾干燥器)、具有喷嘴雾化器的并流式干燥器(诸如To11 FORM DRYER)、具有集成流化床和旋转或喷嘴雾化器的混流式喷雾干燥器(诸如流化喷雾干燥器FSD™)、具有集成过滤器和流化床以及旋转或喷嘴雾化器的混流式喷雾干燥器(诸如集成过滤器干燥器IFD™)。

[0164] 在步骤(i)期间,干燥所精制的第二反应组合物的步骤进行足够的时间量,直至抗性糊精具有10重量%至100重量%、或25重量%至98重量%、或50重量%至96重量%、或75重量%至94重量%、或90重量%的干固体。另选地,干燥所精制的第二反应组合物的步骤进行足够的时间量,直至抗性糊精具有至多13重量%水分、或至多10重量%水分、或至多7.5重量%水分、或至多6重量%水分。

[0165] 在步骤(i)期间,(精制的)第二反应组合物可通过使用喷雾干燥来干燥,在此期间控制温度:进行喷雾干燥的温度可控制所得产物的水分含量,因为较高的温度将允许获得较干燥的产物。进行喷雾干燥的温度为60℃至130℃、或60℃至120℃、或65℃至100℃、或75℃至110℃、或75℃至115℃、或80℃至120℃、或85℃至130℃。另选地,进行喷雾干燥的温度为125℃至250℃、或125℃至185℃、或125℃至160℃、或130℃至150℃、或150℃至250℃、或150℃至225℃、或150℃至200℃、或175℃至250℃、或175℃至225℃、或200℃至250℃。

[0166] 在步骤(i)期间,可以通过使用喷雾干燥来干燥(精制的)第二反应组合物。当用喷雾干燥器干燥精制的第二反应组合物时,考虑喷雾干燥条件诸如出口温度、(精制的)第二反应组合物中的固体浓度、所得产物所需的粒度、(精制的)第二反应组合物暴露于喷雾干燥装置的时间段以及在飞行期间干燥颗粒是否有益。如果需要快速干燥(精制的)第二反应

组合物,则高出口温度是有益的。为了控制出口温度,改变参数,诸如但不限于入口空气温度、进料固体、空气流量、进料温度和流速。关于浓度,需要50重量%至55重量%、或50重量%至52重量%干固体浓度以确保水可以在合理的温度和停留时间下蒸发。另选地,如果喷雾干燥器能够粉碎液体材料,则需要50重量%至87重量%、或60重量%至80重量%、或65重量%至75重量%、或67重量%至73重量%、或70重量%至72重量%、或71重量%的干固体浓度以确保水可以在合理的温度和停留时间下蒸发。该固体浓度含量取决于喷雾干燥器的喷雾系统能力。喷雾系统应避免通过形成细长液滴(细丝)而形成棉花糖结构。这种棉花糖结构流动性差,因此这些细丝难以流出干燥室。固体浓度和进料温度是确保进料良好粉碎的最佳参数。提高进料温度和降低固体浓度使得能够降低进料粘度并使粉碎更容易。如果(精制的)第二反应组合物含有太多的水,则(精制的)第二反应组合物可能干燥得不够快,并且可能变得发粘并与其他颗粒附聚或粘附到设备表面。此外,关于浓度,低固体浓度(例如30重量%至40重量%干固体的浓度)可导致所得产物的粒度较小(例如D50为40 $\mu\text{m}$ 或更低的颗粒)。控制所得产物的粒度的另一种方式是选择喷雾干燥器上使用的喷嘴尺寸:喷嘴可影响形成的液滴的尺寸,并因此影响最终形成的颗粒的尺寸。如果颗粒在沉淀在表面上时可能与其他颗粒附聚,则在飞行期间干燥颗粒是有益的。

[0167] 在步骤(i)期间,(精制的)第二反应组合物可通过使用喷雾干燥来干燥,在此期间,喷雾干燥器可装配有喷嘴,例如高压喷嘴。喷嘴有助于(精制的)第二反应组合物的雾化。另选地,可使用其它技术来实现(精制的)第二反应组合物的雾化,诸如但不限于蒸汽辅助雾化。为了用蒸汽辅助雾化来雾化(精制的)第二反应组合物,将(精制的)第二反应组合物与蒸汽在喷嘴中混合,从而产生非常细的雾化液滴。有利地,非常细的雾化液滴提供具有所得抗性糊精产物中所需的尺寸和窄粒度分布的颗粒。进一步有利地,蒸汽辅助雾化产生球形或几乎球形的颗粒,因为颗粒在形成期间不会如此频繁地碰撞并且在液滴形成期间不会干燥。雾化装置的使用方法和示例在W02005/079595、W003/090893和W001/45858中进行了进一步描述。

[0168] 下表1中列出了在具有旋转盘系统的单级干燥器中进行喷雾干燥的条件,并且下表2中列出了在具有高压喷嘴喷雾系统和外部流化床的单级干燥器中进行喷雾干燥的条件。

[0169] 表1:当使用具有旋转盘系统的单级干燥器时进行喷雾干燥的可能条件。

	喷雾塔喷雾纯水时的水蒸发能力	100	100	100
	(精制的)第二反应组合物温度(°C)	80	80	80
	(精制的)第二反应组合物干物质(%wt)	50	50	50
	(精制的)第二反应组合物流量(kg/h)	120	120	120
	入口空气温度(°C)	152	147	155
	出口空气温度(°C)	86	84	88
	空气流量(m <sup>3</sup> /h)	950	950	950
	旋转盘速度(rpm)	20000	20000	20000
	干燥室中的湿度(g/kg 空气)	8.8	8.9	7.4
[0170]	旋风分离器出口处的压力(mbar)	10	10	10
	干燥的第二反应组合物(抗性糊精)的水分含量(%)	4.9	4.8	5.0
	干燥的第二反应组合物(抗性糊精)的D10(μm)	15.1	17.3	15.2
	干燥的第二反应组合物(抗性糊精)的D50(μm)	39.5	44.7	40.8
	干燥的第二反应组合物(抗性糊精)的D90(μm)	86.5	90.9	90.9
	干燥的第二反应组合物(抗性糊精)的Span	1.809	1.648	1.857

[0171] 表2:当使用具有高压喷嘴喷雾系统和外部流化床的单级干燥器时进行喷雾干燥的可能条件。

[0172]

喷雾塔喷雾纯水时的水蒸发能力 (kg/h)	100	100	100
(精制的) 第二反应组合物温度 (°C)	60.5	63.7	62.9
(精制的) 第二反应组合物巴氏灭菌温度 (°C)	79.8	79.8	79.5
(精制的) 第二反应组合物干物质 (%wt)	51	51	51
(精制的) 第二反应组合物流量 (kg/h)	123	113	112.5
入口空气温度 (°C)	150.1	150.0	150.2
入口空气相对湿度 (%)	50.9	50.7	47.9
出口空气温度 (°C)	83.2	82.8	82.4
进入干燥室的主空气流量 (m <sup>3</sup> /h)	3612	3246	3325
喷嘴压力 (bar)	162	194	196
喷嘴	得自 Spraying systems Co. <sup>®</sup> 的 SK 喷雾干燥喷嘴	得自 Spraying systems Co. <sup>®</sup> 的 SK 喷雾干燥喷嘴	得自 Spraying systems Co. <sup>®</sup> 的 SK 喷雾干燥喷嘴
	孔口直径 (mm) =.043 (1.09) / 尺寸编号 57; 核尺寸编号 20; 喷雾角度 (°) 89	孔口直径 (mm) =.038 (.96) / 尺寸编号 62; 核尺寸编号 20; 喷雾角度 (°) 85	孔口直径 (mm) =.038 (.96) / 尺寸编号 62; 核尺寸编号 20; 喷雾角度 (°) 85
干燥室中的压力 (mbar)	-0.98	-1.03	-0.99
进入流化床第一段的空气流量 (m <sup>3</sup> /h)	67.0	63.0	67.0
进入流化床第一段的空气温度 (°C)	29.0	29.3	28.8
进入流化床第二段的空气流量 (m <sup>3</sup> /h)	67.0	74.4	78.0
进入流化床第二段的空气温度 (°C)	28.6	28.5	28.0
进入流化床第三段的空气流量 (m <sup>3</sup> /h)	77.0	79.0	76.0
进入流化床第三段的空气温度 (°C)	25.5	25.3	24.0

[0173]	最终粉末（抗性糊精）的水分含量（%）	5.5	5.1	4.9
	干燥的第二反应组合物（抗性糊精）的 D10（ $\mu\text{m}$ ）	19.0	17.0	16.0
	干燥的第二反应组合物（抗性糊精）的 D50（ $\mu\text{m}$ ）	49.0	41.0	39.0
	干燥的第二反应组合物（抗性糊精）的 D90（ $\mu\text{m}$ ）	92.0	75.0	71.0
	干燥的第二反应组合物（抗性糊精）的 Span	1.5	1.4	1.4

[0174] 有利地,喷雾干燥产生颗粒形式的抗性糊精。进一步有利地,喷雾干燥保留了抗性糊精的颜色,因此降低了形成白色或接近白色的抗性糊精所需的漂白程度。

[0175] 在一些示例中,右旋糖和/或右旋糖低聚物以固体或液体形式提供,其中固体形式是固化形式或结晶形式。在一些示例中,右旋糖和/或右旋糖低聚物可由经过酶促水解精制的玉米或小麦淀粉获得。在一些示例中,右旋糖和/或右旋糖低聚物优选以含有5重量%右旋糖和/或右旋糖低聚物干固体的溶液开始,然后将其在真空下浓缩至所需干固体含量。

[0176] 多种酸催化剂可用于催化聚合以获得抗性糊精。优选地,这些催化剂是允许消耗的酸,以减少检查残留催化剂酸的存在所必需的控制和成本,并且如果需要,从最终产物中除去催化剂酸。优选使用的酸的示例是食用酸(食品级酸)、盐酸、硫酸、磷酸、柠檬酸、苹果酸、琥珀酸、己二酸、葡糖酸、酒石酸、富马酸和/或它们的组合。所用的催化剂的量相对于所用的右旋糖和/或右旋糖低聚物起始材料的量优选低于15重量%。优选地,催化剂的量低于该水平,例如至多12重量%或至多10重量%,但不低于0.001重量%。

[0177] 在一些示例中,微装置是微混合器。微混合器是静态或动态微混合器、扩散型微混合器、旋风型微混合器、多层微混合器、聚焦微混合器或分离和重组微混合器。静态微混合器是任何类型的微混合器,其中两种或更多种流体的混合通过扩散进行并且任选地通过从层流状态转变为过渡或湍流状态来增强,例如在EP0857080中描述的。动态微混合器是这样一种微混合器,其中特别设计的嵌入物通过人工涡流产生混合,或者其中通过向流体施加动能(例如搅拌、高压、压力脉冲、高流速、喷嘴释放)来增强两种或更多种流体的混合。扩散微混合器是静态类型的混合器,其中流体以单个流体之间的距离在工艺参数的扩散系数范围内的方式输送。在大多数情况下,扩散微混合器利用流体的多层结构,例如EP1674152、EP1674150和EP1187671中所述的结构。旋风型微混合器是基于两种或更多种流体的旋转混合的微混合器,这两种或更多种流体以渐近或非渐近方式插入到混合室中,提供每种流体流的旋转速度,这也在EP1674152中公开。多层微混合器是一种微结构装置,其中单个流体流在层压片或流中彼此非常靠近地输送,以减小扩散距离,如EP1674152、EP1674150和EP1187671中所公开的。聚焦微混合器是一种动力混合器,其中流体流聚焦到密集交汇点,以通过动能和湍流进行混合。分离和重组微混合器是这样一种微混合器,其中单个流体流通过机械或非触觉力(例如电场、磁场、气流)分离,改变方向和位置,并且通过至少使子流的数量加倍来重组,以增加扩散面积。微热交换器是错流微热交换器、逆流微热交换器、并流微热交换器或电动平行流微热交换器和/或适用于右旋糖和/或右旋糖低聚物与酸催化剂之间的反应的微装置。横流微热交换器是一种微型板式热交换器,其中单个流体流以

横向方式输送,如EP1046867中所公开的。逆流微热交换器是一种微型板式热交换器,其中单个流体流以两种流体的入口和出口彼此相反的方式输送,并且因此流体流彼此相对流动,这也在EP1046867中进行了描述。并流微热交换器是一种微型板式热交换器,其中单个流体流以两种流体的入口和出口在装置的彼此相同的方向上的方式输送,并且因此流体流平行流动,这在EP1046867中进行了描述。电动平行流微热交换器是一种微型热交换器,其中加热或冷却能量由电气元件(电阻加热器筒、珀尔帖元件)提供,例如在EP1046867、EP1402589、EP1402589中描述的。适合于右旋糖和/或右旋糖低聚物与酸催化剂之间反应的微装置是微通道装置,可能集成有至少一个膜、多孔侧壁或微分离喷嘴元件。另选的微装置由Kreido微反应器提供,该Kreido微反应器具有移动部件,该移动部件在它们的情况下是内部圆柱体,如例如EP 1 866 066中描述的。与膜集成的微通道装置在 $1\mu\text{m}$ 至 $2000\mu\text{m}$ 宽、 $1\mu\text{m}$ 至 $2000\mu\text{m}$ 深的范围内,并且与膜直接接触,该膜形成通道的至少一个侧壁。膜可以是聚合物、金属或陶瓷膜,其孔径根据工艺需要,范围从几纳米到微米级。多孔侧壁具有与适用于所需工艺的膜或微分离喷嘴元件相同规格的孔,优选在几纳米至 $1\text{mm}$ 直径的范围内。本发明涉及一种方法,其中在0至1000巴的超高真空范围内的非常低的压力范围内,在低于大气压的压力、大气压力或升高的压力下应用微装置。

[0178] W02011091962和W02011098240中进一步描述了使用微装置的方法和微装置的示例。

[0179] 使用微装置制备抗性糊精具有许多优势。与大规模方法相比,微装置的优势包括但不限于:大规模分批方法可以被连续流动方法取代,较小的设备需要较少的空间,需要较少的材料和较少的能量,较短的响应时间和增强的系统性能。因此,微装置显著增强了单位体积或单位面积的传热、传质和扩散通量。

[0180] 有利地,通过使用微装置,微装置中的流体层的典型层厚可以设定为几十微米(通常为 $10\mu\text{m}$ 至 $500\mu\text{m}$ ),其中扩散在质量/热量传递过程中起主要作用。由于扩散距离短,反应物分子扩散通过界面与其他分子种类反应的时间减少至毫秒,并且在一些情况下减少至纳秒。因此,转化率显著提高,并且化学反应过程更有效。

[0181] 在用于制备抗性糊精的方法的步骤期间,可以使用多种加热设备来施加热量。优选地,使用加热梯度。施加热的其他方法包括但不限于热空气烘箱、热板、加热罩、马弗炉、热油浴和/或微波消解系统。

[0182] 可以使用多种水提取设备。水提取设备的示例包括但不限于闪蒸罐、湿-干真空器、萃取塔、离心萃取设备和/或混合沉降器提取器。

[0183] 在一些示例中,制备抗性糊精的方法还包括以下步骤:浓缩糖进料以达到葡萄糖和/或葡萄糖低聚物的浓度基于干固体计为至少75重量%、或80重量%、或85重量%。优选地,通过使用标准蒸发器浓缩糖进料。优选地,浓缩糖进料的步骤在步骤(a)之后且在步骤(b)之前进行。

[0184] 在一些示例中,将步骤(i)中所述的喷雾干燥步骤的产物冷却。优选地,步骤(i)中所述的喷雾干燥步骤的产物在喷雾干燥完成后立即冷却。优选地,将步骤(i)中所述的喷雾干燥步骤的产物冷却至至多 $60^\circ\text{C}$ 、或至多 $50^\circ\text{C}$ 、或至多 $40^\circ\text{C}$ 、或至多 $30^\circ\text{C}$ 的温度。优选地,将步骤(i)中所述的喷雾干燥步骤的产物冷却至 $25^\circ\text{C}$ 至 $40^\circ\text{C}$ 、或 $30^\circ\text{C}$ 至 $35^\circ\text{C}$ 的温度。

[0185] 组合物中的抗性糊精

[0186] 本发明的另一方面涉及组合物中的抗性糊精。

[0187] 在一些示例中,组合物包含抗性糊精和水。优选地,组合物包含55重量%至98重量%、或60重量%至90重量%、或65重量%至85重量%、或70重量%至80重量%、或72重量%的抗性糊精;各重量%的余量基本上是水。更优选地,组合物包含60重量%至75重量%、或65重量%至75重量%、或67.5重量%至72.5重量%、或70重量%至72重量%、或71重量%的抗性糊精;或76重量%至86重量%、或74重量%至85重量%、或75重量%至84重量%、或78重量%至82重量%的抗性糊精;各重量%的余量基本上是水。

[0188] 组合物中的抗性糊精的制备方法

[0189] 本发明的另一方面涉及一种制备组合物中存在的抗性糊精的方法。制备该组合物的方法包括以下步骤:

[0190] (a) 提供抗性糊精;

[0191] (c) 将抗性糊精与水组合以形成组合物。

[0192] 在一些示例中,向抗性糊精中添加水直至组合物包含55重量%至98重量%、或60重量%至90重量%、或65重量%至85重量%、或70重量%至80重量%、或72重量%的抗性糊精;各重量%的余量基本上是水。更优选地,向抗性糊精中添加水直至组合物包含60重量%至75重量%、或65重量%至75重量%、或67.5重量%至72.5重量%、或70重量%至72重量%、或71重量%的抗性糊精;或76重量%至86重量%、或74重量%至85重量%、或75重量%至84重量%、或78重量%至82重量%的抗性糊精;各重量%的余量基本上是水。

[0193] 形成抗性糊精(液体形式)的方法

[0194] 本发明的另一方面涉及一种形成液体形式的抗性糊精的方法。

[0195] 在一些示例中,形成液体形式的抗性糊精的方法包括以下步骤:

[0196] (a) 提供糖进料,所述糖进料包含基于干固体计至少35重量%、或至少45重量%、或至少55重量%的右旋糖和/或右旋糖低聚物;

[0197] (b) 将所述糖进料加热至至少60°C的温度;

[0198] (c) 添加酸化催化剂以形成酸性组合物;

[0199] (d) 将所述酸性组合物加热至至少120°C、或至少140°C、或至少180°C、或至少190°C;

[0200] (e) 通过第一微装置注入所述酸性组合物,以使所述右旋糖和/或右旋糖低聚物与所述酸催化剂在水的存在下反应足以产生第一反应组合物的时间,其中至少60重量%、或至少70重量%、或至少80重量%、或至少85重量%的所述右旋糖和/或右旋糖低聚物已经反应,并且其中所述第一反应组合物包含60重量%至90重量%、或70重量%至80重量%、或75重量%的干固体;

[0201] (f) 从所述第一反应组合物中提取所述水,以获得包含至少90重量%、或95重量%、或98重量%干固体的贫水组合物;

[0202] (g) 通过第二微装置注入所述贫水组合物,以使任何未反应的右旋糖和/或右旋糖低聚物与所述酸催化剂在至少160°C、或180°C、或200°C、或至少210°C、或至少220°C的温度下反应足以产生第二反应组合物的时间,其中至少90重量%、或至少92重量%的所述右旋糖和/或右旋糖低聚物已经反应,并且其中所述第二反应组合物包含60重量%至80重量%、或65重量%至75重量%、或70重量%的干固体;以及/或者

[0203] (h) 精制所述第二反应组合物以形成所述液体形式的抗性糊精。

[0204] 步骤(a)、(b)、(c)、(d)、(e)、(f)、(g)和(h)的优选特征如上文子标题“生产抗性糊精(颗粒形式)的方法”下所定义。

[0205] 在一些示例中,液体形式的抗性糊精包含抗性糊精和水。优选地,液体形式的抗性糊精包含60重量%至75重量%、或65重量%至75重量%、或67.5重量%至72.5重量%、或70重量%至72重量%、或71重量%的抗性糊精;各重量%的余量基本上是水。

[0206] 形成液体形式的抗性糊精的方法还可包括以下步骤:

[0207] (i) 干燥液体形式的抗性糊精以产生部分干燥的液体形式的抗性糊精,优选地,其中部分干燥的液体形式的抗性糊精包含76重量%

[0208] 至86重量%、或74重量%至85重量%、或75重量%至84重量%、或78重量%至82重量%的抗性糊精;各重量%的余量基本上是水。这可能是形成液体形式的更浓缩的抗性糊精的理想方法。

[0209] 在步骤(i)期间,液体形式的抗性糊精优选通过使用在真空下操作的蒸发器来部分干燥。优选地,所用的蒸发器为板式或搅拌式薄膜蒸发器。优选地,操作蒸发器使得蒸发在低温(低于70℃)下且在短停留时间(几秒至三分钟)内发生。有利地,使用蒸发器来形成液体形式的部分干燥的抗性糊精限制了干燥步骤期间的颜色形成。

[0210] 在步骤(i)期间,液体形式的抗性糊精优选通过使用喷雾干燥来部分干燥。另一种部分干燥方法包括但不限于带式干燥。可用于喷雾干燥液体形式的抗性糊精的装置的示例包括但不限于双流体喷嘴喷雾干燥器、单流体喷嘴喷雾干燥器、旋转雾化器喷雾干燥器、高压喷嘴喷雾干燥器和/或蒸汽辅助雾化喷雾干燥器、小规模喷雾干燥装置诸如Buchi (Buchi, CH) 喷雾干燥器和中试规模喷雾干燥器诸如Niro MOBILE MINOR™、配备有旋转雾化器的Anhydro PSD55喷雾干燥器、型号MM-IN喷雾干燥器以及大规模干燥装置诸如具有集成带和喷嘴雾化器的并流式喷雾干燥器(诸如Filtermat™)、具有旋转雾化器的并流锥形底座(诸如单级喷雾干燥器)、具有喷嘴雾化器的并流式干燥器(诸如To11 FORM DRYER)、具有集成流化床和旋转或喷嘴雾化器的混流式喷雾干燥器(诸如流化喷雾干燥器FSD™)、具有集成过滤器和流化床以及旋转或喷嘴雾化器的混流式喷雾干燥器(诸如集成过滤器干燥器IFD™)。

[0211] 在步骤(i)期间,部分干燥液体形式的抗性糊精的步骤进行足够的时间量,直到部分干燥的液体形式的抗性糊精包含76重量%至86重量%、或74重量%至85重量%、或75重量%至84重量%、或78重量%至82重量%的抗性糊精;各重量%的余量基本上是水。

[0212] 在步骤(i)期间,液体形式的抗性糊精可通过使用喷雾干燥来部分干燥,在此期间控制温度:进行喷雾干燥的温度可控制所得产物的水分含量,因为较高的温度将允许获得较干燥的产物。进行喷雾干燥的温度为60℃至130℃、或60℃至120℃、或65℃至100℃、或75℃至110℃、或75℃至115℃、或80℃至120℃、或85℃至130℃。另选地,进行喷雾干燥的温度为125℃至250℃、或125℃至185℃、或125℃至160℃、或130℃至150℃、或150℃至250℃、或150℃至225℃、或150℃至200℃、或175℃至250℃、或175℃至225℃、或200℃至250℃。

[0213] 在步骤(i)期间,液体形式的抗性糊精可以使用喷雾干燥来部分干燥。当用喷雾干燥器部分干燥液体形式的抗性糊精时,考虑喷雾干燥条件诸如出口温度、液体形式的抗性糊精中的固体浓度、所得产物所需的粒度、液体形式的抗性糊精暴露于喷雾干燥装置的时

间段以及在飞行期间干燥颗粒是否有益。如果需要快速干燥液体形式的抗性糊精,高出口温度是有益的。为了控制出口温度,改变参数,诸如但不限于入口空气温度、进料固体、空气流量、进料温度和流速。关于浓度,需要50重量%至55重量%、或50重量%至52重量%干固体浓度以确保水可以在合理的温度和停留时间下蒸发。如果喷雾干燥器能够粉碎液体材料,则需要50重量%至87重量%、或60重量%至80重量%、或65重量%至75重量%、或67重量%至73重量%、或70重量%至72重量%、或71重量%的干固体浓度以确保水可以在合理的温度和停留时间下蒸发。该固体浓度含量取决于喷雾干燥器的喷雾系统能力。喷雾系统应避免通过形成细长液滴(细丝)而形成棉花糖结构。这种棉花糖结构流动性差,因此这些细丝难以流出干燥室。固体浓度和进料温度是确保进料良好粉碎的最佳参数。提高进料温度和降低固体浓度使得能够降低进料粘度并使粉碎更容易。如果液体形式的抗性糊精含有太多的水,则液体形式的抗性糊精可能干燥得不够快,并且可能变得发粘并与其他颗粒附聚或粘附到设备表面。此外,关于浓度,低固体浓度(例如30重量%至40重量%干固体的浓度)可导致所得产物的粒度较小(例如D50为40 $\mu\text{m}$ 或更低的颗粒)。控制所得产物的粒度的另一种方式是选择喷雾干燥器上使用的喷嘴尺寸:喷嘴可影响形成的液滴的尺寸,并因此影响最终形成的颗粒的尺寸。如果颗粒在沉淀在表面上时可能与其他颗粒附聚,则在飞行期间干燥颗粒是有益的。

[0214] 在步骤(i)期间,液体形式的抗性糊精可通过使用喷雾干燥来部分干燥,在此期间,喷雾干燥器可装配有喷嘴,例如高压喷嘴。喷嘴有助于液体形式的抗性糊精的雾化。另选地,可使用其它技术实现液体形式的抗性糊精的雾化,诸如但不限于蒸汽辅助雾化。为了用蒸汽辅助雾化来雾化液体形式的抗性糊精,将液体形式的抗性糊精与蒸汽在喷嘴中混合,从而产生非常细的雾化液滴。有利地,非常细的雾化液滴提供具有所得产物中所需的尺寸和窄粒度分布的颗粒。进一步有利地,蒸汽辅助雾化产生球形或几乎球形的颗粒,因为颗粒在形成期间不会如此频繁地碰撞并且在液滴形成期间不会干燥。雾化装置的使用方法和示例在W02005/079595、W003/090893和W001/45858中进行了进一步描述。

[0215] 在一些示例中,通过或能够通过上述方法获得液体形式的抗性糊精。

[0216] 食品或饮料产品中的抗性糊精(颗粒形式和/或液体形式)

[0217] 本发明的另一方面涉及食品或饮料产品中的抗性糊精。

[0218] 抗性糊精可用于食品或饮料产品中。任选地,食品或饮料产品还包含蛋白质、水胶体、淀粉、膨松剂,例如糖醇或麦芽糖糊精;甜味剂,例如蔗糖、HFC、果糖和/或高强度甜味剂。

[0219] 抗性糊精可在食品或饮料产品中用作嫩化剂或调质剂(例如以提高产品的脆度)、保湿剂(例如以延长产品的保质期和/或产生柔软或湿润的质地)、降低水活度的试剂、替代蛋液的试剂、改善产品的光泽的试剂、替代产品中的脂肪的试剂、改变面粉淀粉糊化温度的试剂、改变产品的质地的试剂和/或增强产品的褐变的试剂。

[0220] 在一些示例中,抗性糊精存在于食品或饮料产品中,或存在于食品或饮料产品的相中,该食品或饮料产品或食品或饮料产品的相包含至多3.5重量%、或至多3.0重量%、或至多2.5重量%、或至多2.0重量%、或至多1.5重量%的水。有利地,由于食品或饮料产品或食品或饮料产品的相含有低重量%的水,因此抗性糊精不会溶解。因此,所得食品或饮料产品具有改善的口感。

[0221] 在一些示例中,抗性糊精存在于食品或饮料产品中,或存在于食品或饮料产品的相中,该食品或饮料产品或食品或饮料产品的相包含至少10重量%、或至少20重量%、或至少30重量%、或至少50重量%的水。抗性糊精也可存在于食品或饮料产品中,或存在于食品或饮料食品产品的相中,该食品或饮料产品或该食品或饮料食品产品的相为向其中加入液体(诸如水)的干混合物。干混合物的示例包括但不限于用于水果饮料、蛋白质饮料、代餐、牛奶、牛奶改性剂、面糊、布丁、汤、肉汁和酱汁的粉末。

[0222] 在一些示例中,将抗性糊精掺入到糖食食品产品中,该糖食食品产品包括但不限于巧克力。可以掺入抗性糊精的巧克力的示例包括但不限于牛奶巧克力、苦甜巧克力、黑巧克力和白巧克力。巧克力中存在的其他成分包括但不限于甜味剂(例如糖和非糖甜味剂)、可可液、可可脂、乳制品成分、植物脂肪和/或乳化剂。

[0223] 在一些示例中,将抗性糊精掺入到糖食涂覆食品产品中。糖食涂覆食品产品中存在的其他成分包括但不限于甜味剂、可可脂可可粉或可可脂等同物、植物脂肪、乳化剂和/或风味剂,诸如但不限于酸奶、草莓、香草精、白巧克力、薄荷、花生黄油和/或覆盆子。糖食涂覆食品产品可用于但不限于用于烘焙食品中。

[0224] 在一些示例中,将抗性糊精掺入到巧克力馅料食品产品中。巧克力馅料食品产品的示例包括放置在巧克力壳内的巧克力馅料,和/或焙烤食品如蛋糕、布朗尼、曲奇脆片、小松糕、面包、甜面团、糕点、松饼和/或饼干内的巧克力馅料。

[0225] 在一些示例中,将抗性糊精掺入到脂肪涂抹食品产品中。脂肪涂抹食品产品的示例包括但不限于坚果基涂抹酱,诸如花生酱、杏仁酱和腰果酱、增甜的坚果酱(诸如增甜的榛子酱),乳基涂抹酱和/或巧克力基涂抹酱。

[0226] 在一些示例中,将抗性糊精掺入到甜味食品产品中,诸如糖果和/或糖块,包括但不限于能量棒、小吃棒、早餐棒和/或蛋白质棒。

[0227] 在另一个示例中,将抗性糊精以无定形状态掺入到糖玻璃中。糖玻璃可以但不限于用于粘附到烘焙商品上和/或用于形成增强烘焙商品外观的膜或涂层。

[0228] 在一些示例中,将抗性糊精掺入到发酵饮料中。发酵饮料可含有乙醇,优选不超过50重量%、或不超过15重量%、或不超过10重量%、或不超过8重量%的乙醇。发酵饮料可以是但不限于啤酒,例如麦芽啤酒或贮藏啤酒、苹果酒、蜂蜜酒、葡萄酒、米酒、清酒、康普茶饮料或酸菜汁。

[0229] 可掺入抗性糊精的其他可能的食品和/或饮料产品包括但不限于冷冻甜品、口香糖、夹心糖果、介导糖果、锭剂、片剂、软糖、薄荷糖、标准薄荷糖、粉末薄荷糖、耐嚼糖果、硬糖、高温熬制糖果、呼吸和口腔护理膜或条、拐杖糖、棒棒糖、软糖、果冻、酒胶糖、软糖、焦糖、硬和软挂糖衣食品、水果零食、乳脂糖、太妃糖、甘草糖、明胶糖果、果冻糖、果冻豆、牛轧糖、方旦糖、肉类似物、面包、蛋糕、曲奇、薄脆饼干、挤压零食、汤、油炸食品、面食产品、马铃薯产品、大米产品、玉米产品、小麦产品、乳制品、早餐谷物、无水包衣(例如,冰淇淋复合包衣和巧克力)、糖浆、果酱和果冻、饮料、清水、即饮饮料、蛋白质饮料、烤帕尼尼三明治、甜甜圈、馅料、挤压和片状小吃、明胶甜点、奶酪、奶酪酱、液态和干咖啡奶精、低乳固体奶酪、低脂奶酪、低热量奶酪、牛奶替代品(例如但不限于基于坚果的牛奶替代品和基于燕麦的牛奶替代品)、冰沙、冰淇淋、奶昔、农家干酪、农家干酪酱、乳制品甜点、可食用和水溶性膜、调料、奶精、酥皮、糖霜、釉料、干和湿宠物食品、玉米饼、膨化零食、玉米片、肉、鱼、干果、婴幼

儿食品、面糊、酱汁、调味品、番茄酱、蛋黄酱和/或面包屑(例如用于肉的面糊和面包屑)。

[0230] 有利地,将抗性糊精添加到食品和/或饮料产品中以提供可溶性纤维源。抗性糊精可以有利地增加食品和/或饮料产品的纤维含量而不损害所得食品和/或饮料产品的风味、口感或质地。抗性糊精可任选地与低聚果糖、聚右旋糖、菊粉、麦芽糖糊精、抗性淀粉、淀粉、蔗糖和/或常规玉米糖浆固体一起添加到产品和/或饮料中。抗性糊精可用作食品和/或饮料产品中0至100重量%的纤维的替代品。因此,所得食品或饮料产品含有少0至100%的糖。

[0231] 有利地,将抗性糊精添加到食品和/或饮料产品中以充当甜味剂。抗性糊精适用于用其他甜味剂完全或部分替代,例如高果糖玉米糖浆、果糖、右旋糖、普通玉米糖浆、玉米糖浆固体、红薯(例如Brazzein和/或Thaumatococcus)、木薯糖浆、燕麦糖浆、大米糖浆和/或豌豆糖浆。在用抗性糊精代替甜味剂后,糖水平降低,但口感和风味保持相同或基本上相同。抗性糊精可用作食品和/或饮料产品中0至100重量%的甜味剂的替代品。

[0232] 有利地,将抗性糊精添加到食品和/或饮料产品中以充当膨松剂。抗性糊精适用于用其他填充剂完全或部分替代,因此可替代脂肪、面粉、糖醇、麦芽糖糊精和/或存在的其他膨松剂。在用抗性糊精代替膨松剂后,热量水平降低,产品的营养特性改善,并且口感和风味保持相同或基本上相同。抗性糊精可用作食品和/或饮料产品中0至100重量%的膨松剂的替代品。

[0233] 有利地,将抗性糊精添加到食品和/或饮料产品中以控制或改善患有糖尿病的人和动物的血糖浓度。当人或动物消化含有抗性糊精的食品和/或饮料时,该抗性糊精可以在血液蒸汽中引起适度的相对血糖反应。

[0234] 生产食品或饮料产品中的抗性糊精(颗粒形式和/或液体形式)的方法

[0235] 本发明的另一方面涉及一种制备食品或饮料产品中存在的抗性糊精的方法。制备食品或饮料产品的方法包括以下步骤:

[0236] (a) 提供抗性糊精;以及

[0237] (b) 将抗性糊精与至少一种食品或饮料产品组合。

[0238] 抗性糊精可以在需要增稠剂的组合物中使用(以颗粒形式和/或液体形式)。

[0239] 本发明的另一方面涉及需要增稠剂的组合物中的抗性糊精。

[0240] 在一些示例中,需要增稠剂的组合物包括但不限于个人护理组合物例如化妆品、面霜和/或润肤霜、面霜和/或润肤液和牙膏,以及油漆、油墨和/或印刷产品例如印刷油墨。

[0241] 在一些示例中,需要增稠剂的组合物是一种替代微塑料例如聚乙烯、聚甲基丙烯酸甲酯或尼龙的环保替代品。

[0242] 在需要增稠剂的组合物中生产抗性糊精(颗粒形式和/或液体形式)的方法

[0243] 本发明的另一方面涉及一种制备需要增稠剂的组合物组合物中的抗性糊精的方法。制备需要增稠剂的组合物的方法包括以下步骤:

[0244] (a) 提供抗性糊精;以及

[0245] (b) 将抗性糊精与至少一种需要增稠剂的组合物组合。

[0246] 实施例

[0247] 下面是参考表格讨论本发明的优点的非限制性实施例。本文阐述的实施例是非限制性实施例,并且仅仅是许多可能示例中的示例。

[0248] 在以下的实施例中,评估了本发明的抗性糊精。为了进行比较,还评估了其他市售

纤维样品。所测试的纤维样品包括Promitor SGF 70R、Promitor NGR 85、Fibersol-2NONGMO、Nutriose FM10、Nutriose FM6和Frutafit®HD。

[0249] 实施例1:制备抗性糊精(颗粒形式)

[0250] 制备了本发明的抗性糊精。在本实施例中,将所生产的抗性糊精称为“Cargill抗性糊精1”。

[0251] 在该非限制性实施例中,按照以下步骤制备Cargill抗性糊精1:

[0252] (a) 提供糖进料,该糖进料包含基于干固体计至少55重量%的右旋糖和右旋糖低聚物;

[0253] (b) 将所述糖进料加热至至少60°C的温度;

[0254] (c) 添加酸化催化剂以形成酸性组合物;

[0255] (d) 将酸性组合物加热至至少190°C;

[0256] (e) 通过第一微装置注入酸性组合物,以使右旋糖和/或右旋糖低聚物与酸催化剂在水的存在下反应足以产生第一反应组合物的时间,其中至少85重量%的右旋糖和/或右旋糖低聚物已经反应,并且其中第一反应组合物包含至少60重量%的干固体;

[0257] (f) 从第一反应的组合物(也称为“第一中间产物”)中提取水,以获得包含至少98重量%干固体的贫水组合物;

[0258] (g) 通过第二微装置注入贫水组合物,以使任何未反应的右旋糖和/或右旋糖低聚物与酸催化剂在至少220°C的温度下反应足以产生第二反应组合物的时间,其中至少92重量%的右旋糖和/或右旋糖低聚物已经反应,并且其中第二反应组合物包含至少70重量%的干固体;

[0259] (h) 精制所述第二反应组合物以形成精制的第二反应组合物;以及

[0260] (i) 通过喷雾干燥来干燥精制的第二反应组合物,以产生Cargill抗性糊精1。

[0261] 实施例2:测量Cargill抗性糊精1的D10、D90、D50和SPAN

[0262] 以下非限制性实施例描述了如何测量“Cargill抗性糊精1”的D10、D90、D50和SPAN。

[0263] 在该非限制性实施例中,通过使用Mastersizer 3000 (Malvern) 的激光衍射来测量“Cargill抗性糊精1”的粒度分布。该设备允许测量尺寸范围为0.1 $\mu\text{m}$ 至3500 $\mu\text{m}$ 的颗粒。该设备使用氩氦红色激光器(633nm,最大4mW)、蓝光LED光源(10mW 470nm)和广角检测杆(0.015-144度)。该设备还使用具有文丘里分散器的Aero S自动干粉分散系统。

[0264] 在进行样品测量之前,进行了背景测量。背景测量进行10s或更长的持续时间。

[0265] 用于样品测量的设置设定如下:

[0266] 颗粒类型:非球形

[0267] 测量持续时间:背景:10秒,样品测量:30秒

[0268] 遮挡范围:[0.5%-8%]

[0269] 空气压力:2巴

[0270] 进料速率:45%

[0271] 进料间隙:1mm

[0272] 计算:Mie理论

[0273] 样品量:20g

[0274] 对样品进行三次测量,并保留平均值。

[0275] 通过使用安装在Mastersizer 3000上的软件,使用Mie理论根据散射光的强度曲线计算粒度分布。通过软件自动生成以下参数:D10、D50、D90和SPAN。结果在表3中示出。

[0276] 为了进行比较,还以相同方式测量了Promitor SGF 70R、Promitor NGR 85、Fibersol-2 NONGMO、Nutriose FM10、Nutriose FM6和Frutafit® HD的D10、D90、D50和SPAN。对附加样品使用与对Cargill抗性糊精1进行的相同的程序。结果在表3中示出。

[0277] 表3:所评估的样品的D10、D90和D50以及SPAN值。

样品	D10 (μm)	D50 (μm)	D90 (μm)	SPAN
Cargill 抗性糊精 1	17.4	43.0	79.5	1.4
Promitor SGF 70 R	16.3	129.2	430.3	3.2
Promitor NGR 85	10.6	54.3	163.0	2.8
Fibersol-2 NONGMO	13.2	40.9	85.9	1.7
Nutriose FM10	13.1	99.1	227.8	2.16
Nutriose FM6	25.0	148.0	358.7	2.25
Frutafit® HD	10.8	43.9	109.3	2.2

[0279] 有利地,Cargill抗性糊精1具有低D10、D50、D90和最低的SPAN值。

[0280] 至少对于巧克力产品,粒度分布会影响流动特性和感官知觉。流动行为在模塑和包衣操作中非常重要。感官知觉对于消费者对最终产品的接受非常重要。

[0281] 当巧克力产品被制造时,通常将所有干成分(包括固体颗粒)研磨至小于30微米,以避免巧克力尝起来有砂砾味。Cargill抗性糊精1通常包含尺寸为0.1至100微米的球形颗粒。可将通常为球形的颗粒的一部分破碎至达到小于30微米的尺寸。不受理论的束缚,当从具有窄分布(即相对低的SPAN)的粉末开始时,研磨/精炼步骤将较大颗粒(其尺寸为30微米至100微米)的尺寸减小至小于30微米。破碎颗粒的产生会导致较大的粒度分布。所得颗粒包含破碎的无规形状颗粒和球形未破碎颗粒。新获得的颗粒群适于有效包装在巧克力产品中。

[0282] 当形成巧克力产品时,所得的Cargill抗性糊精1的颗粒群将被涂覆在脂肪中。由于颗粒的有效填充,当形成巧克力产品时将需要较少的脂肪。因此,在Cargill抗性糊精具有至多2.7(或至多2.15、或至多2、或至多1.8、或至多1.6、或至多1.4)的SPAN值的巧克力产品中将发现以下有益性质:

[0283] 1. 巧克力流动性质:每克未用于涂覆新形成颗粒的游离脂肪将降低巧克力产品的粘度和产率。

[0284] 2. 感官知觉:每克未用于涂覆Cargill抗性糊精1颗粒的游离脂肪将对巧克力产品的奶油味和融化曲线产生积极影响。未破碎颗粒(保持其原始球形形态的颗粒)的存在对巧克力产品的光滑度有积极影响。

[0285] 3. 成本效益:巧克力制造商通常希望尽量降低粘度,并尽量减少其最昂贵的散装成分之一——可可脂(脂肪)的添加。

[0286] 实施例3:测量Cargill抗性糊精1的BET

[0287] 以下非限制性实施例描述了如何测量Cargill抗性糊精1的BET。可以使用BET模型(Brunauer、Emmett和Teller,适用于BET曲线的线性区域的校正单层理论)根据N<sub>2</sub>吸附等温线(在液体N<sub>2</sub>的沸点下测量)评估BET。

[0288] 在该非限制性实施例中,Cargill抗性糊精1的BET在Micromeritics Gemini VII 390表面积分析仪上进行测量。该设备使用基于适用于BET曲线(气体的吸收体积作为相对压力的函数)的线性区域的单层理论校正的BET模型。该装置在-196.15℃(液氮的沸点)的温度和0至0.3的压差下操作。测量中使用的气体是氮气。

[0289] 首先,将Cargill抗性糊精1在具有19.1mm OD球×155mm长的玻璃管(Micromeritics)中称重。将样品管及其内容物装入在40℃下操作的脱气装置(VacPrep061,Micromeritics,USA)的脱气口中,并静置12小时。该热预处理的目的是驱除样品上的任何物理吸附的水,同时保持样品的形态不变。制备完成后,使样品冷却至室温(20.0±2℃)。然后将样品管及其内容物重新称重以获得样品的干重。该值被输入到软件程序的必要部分中用于进一步计算。然后将样品管转移至分析端口。

[0290] 将类似于含有样品但填充有玻璃珠使得玻璃珠所占据的体积等于样品体积的管用作参比。

[0291] 在测量过程中,将样品和参考管浸入-196.15℃的液氮中,然后开始吸附测量。相对压力( $P/P_0$ )从0到0.99逐步变化以获得整个吸附等温线。控制自动化设备的软件执行泄漏检查程序,并且对于每个吸附点使用5s的平衡时间。对每个样品进行一次重复测量。

[0292] 根据实验结果,BET等温线等式(以下)可以被绘制为直线,其中y轴为 $1/[V_a \times (P_0/P - 1)]$ ,并且x轴为 $P/P_0$ 。

$$[0293] \quad \frac{1}{V_a \times \left(\frac{P_0}{P} - 1\right)} = \frac{C - 1}{V_m \times C} \times \frac{P}{P_0} + \frac{1}{V_m \times C}$$

[0294] 其中 $P$ =在-196.15℃下与表面平衡的吸附气体的蒸汽分压; $P_0$ =吸附气体的饱和压力(Pa); $V_a$ =标准温度和压力下吸附的气体体积(m<sup>3</sup>); $V_m$ =在标准温度和压力下在样品表面上形成表观单层所吸附的气体体积(m<sup>3</sup>); $C$ =与样品上吸附气体的吸附焓相关的无量纲常数。

[0295] 该等式的线性关系仅在 $0.05 < P/P_0 < 0.35$ 的范围内成立。斜率 $[(C-1)/V_m \times C]$ 和y轴截距 $1/V_m \times C$ 的值分别用于计算单层吸附气体量 $V_m$ 和BET常数 $C$ (如以下两个等式所示)。

$$[0296] \quad V_m = \frac{1}{\text{斜率} + \text{截距}}$$

$$C = 1 + \frac{\text{斜率}}{\text{截距}}$$

[0297] 然后通过以下等式获得比表面积 $S_{\text{spec}}$ (BET值):

$$[0298] \quad S_{\text{spec}} = \frac{V_m \times N \times s}{V \times a}$$

[0299] 其中 $S_{\text{spec}}$ =比表面积(m<sup>2</sup>/g); $V_m$ =在标准温度和压力下在样品表面上形成表观单层所吸附的气体体积(m<sup>3</sup>); $N$ =阿伏伽德罗常数, $s$ =氮气的吸附横截面积(0.162 × 10<sup>-9</sup>m<sup>2</sup>); $V$ =吸附气体的摩尔体积(22.414 × 10<sup>-3</sup>m<sup>3</sup>.mol<sup>-1</sup>); $a$ =样品的质量(g)。

[0300] 为了进行比较,还以相同方式测量了Promitor SGF 70R、Promitor NGR 85、

Fibersol-2NONGMO、Nutriose FM10、Nutriose FM6和Frutafit®HD的BET值。对这些附加样品使用与对Cargill抗性糊精1进行的相同的程序。结果在表4中示出。

[0301] 表4:所评估的样品的BET值。

样品	BET (m <sup>2</sup> /g)
Cargill 抗性糊精 1	0.15
Promitor SGF 70 R	0.16
Promitor NGR 85	0.33
Fibersol-2 NONGMO	0.23
Nutriose FM10	0.15
Nutriose FM6	0.21
Frutafit® HD	0.28

[0303] 有利地,Cargill抗性糊精1具有低BET值。有利地,低BET值可以为所得产品提供改善的光滑度和增强的口感,特别是当与低D10、D50、D90和SPAN值组合时。进一步有利地,低BET值导致产品具有改善的流动性质,这有助于加工和材料处理。

[0304] 实施例4:测量Cargill抗性糊精1的OBC

[0305] 以下非限制性实施例描述了如何测量Cargill抗性糊精1的OBC。

[0306] 在该非限制性实施例中,通过将2.5g (重量1=W<sub>1</sub>)的Cargill抗性糊精1分散在50g (重量2=W<sub>2</sub>)的葵花籽油(来自Vandemoortele Europe NV的VDM 15X1L)中,并使用磁力搅拌器(IKA RCT Basic)和150ml Scott Duran玻璃烘焙器(Ø 6.0cm,高度8.0cm)在室温(25.0±2.0°C)下并以500rpm混合10分钟直至产物完全分散来测量Cargill抗性糊精1的OBC。在30分钟的静置期后,用磁力搅拌器IKA在室温(25.0±2.0°C)下以500rpm的rpm再次搅拌Cargill抗性糊精1达1分钟。然后将45g悬浮液倒入离心机中的管中。所用的管是来自Corning Inc.430897的具有塞式密封盖的50ml自立式聚丙烯管。管的重量是添加悬浮液之前的重量(重量3=W<sub>3</sub>)和之后的重量(重量4=W<sub>4</sub>)。然后将样品在室温(25.0±2.0°C)下以3000rpm离心5分钟。所用的离心机是Labofuge 400m Heraeus。离心后,分离上清液和残余物。油的去除确保在将残余物静置5分钟后,残余物上方的油高度低于0.1mm。进行油的去除,使得当除去上清液时残余物不与残余物混合。

[0307] 除去上清液,并称量含有残余物的离心管的重量(重量W<sub>5</sub>)。然后通过应用以下等式对上清液和残余物的重量进行比较:

$$[0308] \quad OBC = \frac{W_{OB}}{W_{CP}}$$

[0309] 其中起始油混合物中的产物百分比为 $W_P = \frac{W_1 \times 100}{W_1 + W_2}$ ,起始油混合物中的油百分

比为 $W_O = \frac{W_2 \times 100}{W_1 + W_2}$ ,产物重量为 $W_{CP} = \frac{W_P}{100} \times (W_4 - W_3)$ ,并且油结合为 $W_{OB} = W_5 - W_3 -$

$W_{GP}$ 。

[0310] 实验结果在表5中示出。

[0311] 为了进行比较,还以相同方式测量了Promitor SGF 70R、Promitor NGR 85、Fibersol-2NONGMO和Frutafit®HD的OBC值。对这些附加样品使用与对Cargill抗性糊精1进行的相同的程序。结果在表5中示出。

[0312] 表5:所评估的样品的OBC值。

样品	OBC (g/g)
Cargill 抗性糊精 1	1.12
Promitor SGF 70 R	0.53
Promitor NGR 85	1.02
Fibersol-2 NONGMO	1.45
Nutriose FM10	1.68
Nutriose FM6	1.90
Frutafit <sup>®</sup> HD	1.33

[0314] 有利地,Cargill抗性糊精1具有最佳OBC值。如果OBC值太低,则抗性糊精将不吸引任何油并且不能用于影响其中使用抗性糊精的所得产物的任何性质。如果OBC值太高,则抗性糊精将吸引大量油并且所得产物将太粘。

[0315] 有利地,Cargill抗性糊精1具有最佳(中间)OBC值。因此,Cargill抗性糊精1能够与油良好地混合,因此当用于制造基于脂肪的产品例如馅料或巧克力时特别有益。

[0316] 实施例5:测量Cargill抗性糊精1的润湿性

[0317] 以下非限制性实施例描述了如何测量Cargill抗性糊精1的润湿性。

[0318] 在该非限制性实施例中,通过测量已知量的抗性糊精在已知温度下完全渗透水的静止表面所需的时间来测量Cargill抗性糊精1的润湿性。在该非限制性实施例中,将250ml 25°C的水倒入400ml烧杯中。然后称量水和烧杯的重量,所用的称重天平具有0.01g的精度。将金属板(具有12cm正方形边的尺寸)置于装有水的玻璃烧杯与金属圆筒(直径8.5cm、高度6.5cm)之间。然后,称出10g的Cargill抗性糊精1。称重后,将Cargill抗性糊精1均匀地倒入金属圆筒中。在时间零点时,将金属板从圆筒下面完全移除,并测量Cargill抗性糊精1完全渗透水所需的时间。当用这种方法测量润湿性时,如果水的表面上存在10%的Cargill抗性糊精1,通常被认为是可以接受的。从零点开始的3分钟,每五秒拍摄一次图像,直至粉末完全浸没在水中。Cargill抗性糊精1完全渗透水所需的时间在表6中示出。

[0319] 为了进行比较,还以相同方式测量了Promitor SGF 70R、Promitor NGR 85、Fibersol-2NONGMO、Nutriose FM10、Nutriose FM6和Frutafit<sup>®</sup> HD的润湿性值。对这些附加样品使用与对Cargill抗性糊精1进行的相同的程序。每个样品完全渗透水所需的时间在表6中示出。

[0320] 表6:样品完全渗透水所需的时间(即,润湿性)。

样品	时间(秒)
Cargill 抗性糊精 1	4.00-4.66
Promitor SGF 70 R	2.00-2.00
Promitor NGR 85	5.00-10.00
Fibersol-2 NONGMO	>180.00
Nutriose FM10	2.00-2.00
Nutriose FM6	3.00-3.00
Frutafit <sup>®</sup> HD	3.00-3.00

[0322] 有利地,Cargill抗性糊精1具有低润湿性。

[0323] 实施例6:测量Cargill抗性糊精1的颜色

[0324] 以下非限制性实施例描述了如何测量本发明的Cargill抗性糊精1的颜色。

[0325] 在该非限制性实施例中,用色度计CR410 (KONICA MINOLTA) 测量Cargill抗性糊精1的颜色,作为Hunter Lab比色参数(L、a、b)。色度计配备有测量头CR-410、白色校准板CR-A44、玻璃投光管CR-A33e和数据处理器DP-400。

[0326] 测量头的主要特征为:

[0327] 照明/观察系统:广域照明/0°视角(包括镜面部件);

[0328] 检测器:有机硅光电池(6);

[0329] 显示范围:Y:0.01至160.00%(反射率);

[0330] 光源:脉冲氙灯;

[0331] 测量时间:1秒;

[0332] 测量/照明面积:Ø50/Ø53;

[0333] 观察者:2度(与CIE 1931标准观察者非常匹配);

[0334] 光源:C、D65;以及

[0335] 显示:色差值。

[0336] 首先,通过将白板(校准板CR-A44)置于色度计的测量头下方来校准色度计。为了测定样品的Hunter Lab比色值,将装有约一半Cargill抗性糊精1粉末的烧杯置于测量头下方。然后,用色度计记录样品的颜色。抗性糊精的Hunter Lab比色参数在表7中示出。

[0337] 为了进行比较,还以相同方式测量了Promitor SGF 70R、Promitor NGR 85、Fibersol-2NONGMO、Nutriose FM10、Nutriose FM6和Frutafit® HD的颜色。对这些附加样品使用与对Cargill抗性糊精1进行的相同的程序。样品的Hunter Lab比色参数在表7中示出。

[0338] 表7:样品的HunterLab比色参数。

样品	L	a	b
Cargill 抗性糊精 1	96.7	-1.3	3.5
Promitor SGF 70 R	93.5	-1.6	8.0
Promitor NGR 85	95.8	-1.6	5.2
Fibersol-2 NONGMO	94.1	-1.9	9.0
Nutriose FM10	93.5	-2.9	13.5
Nutriose FM6	91.9	-2.2	14.4
Frutafit® HD	97.0	-0.7	1.6

[0340] 从表7可以看出,Cargill抗性糊精1的颜色非常接近白色。

[0341] 实施例7:测量Cargill抗性糊精1的Tg

[0342] 以下非限制性实施例描述了如何测量本发明的Cargill抗性糊精1的Tg。

[0343] 在该非限制性实施例中,在不同水分含量下测量Tg。对五个Cargill抗性糊精样品进行了分析。样品如下:

[0344] -样品1:没有湿度调节(没有处理);

[0345] -样品2:在热重设备中干燥以达到0重量%水分。干燥在以下条件下进行:干燥气体:N<sub>2</sub>;干燥气体流量:50ml/分钟;干燥温度范围:-25℃至240℃;干燥速率:10℃/分钟;

[0346] -样品3:在25℃、50%相对湿度下温育12小时;

[0347] -样品4:在25℃、60%相对湿度下温育12小时;以及

[0348] -样品5:在25℃、70%相对湿度下温育12小时。

[0349] 调节样品的水分后,用Mettler-Toledo(TGA/DSC 3+)通过热重分析(TGA)测量湿

度。在测量之前自动校准装置(在三个点处的线性,没有外部操作)。通过将每个样品称重30mg到坩埚中,将每个样品称重到来自Mettler-Toledo的100 $\mu$ L铝坩埚中。使用10 $^{\circ}$ C/min的加热速率,将热重分析装置的温度设定为25 $^{\circ}$ C至240 $^{\circ}$ C。将热重分析装置中的氮气流量设定为50ml/min。将装有样品的坩埚放入热重分析装置中,并使用Star软件测定水分含量。

[0350] 在配备有RCS冷却系统的TA仪器Q250上使用差示扫描量热法测量每个样品的T<sub>g</sub>。用铟和环己烷校准差示扫描量热装置。将25mg Cargill抗性糊精1样品装载到差示扫描量热装置中。使用双扫描程序来消除加热过程中的焓。在0 $^{\circ}$ C下达到平衡后,然后将样品加热至150 $^{\circ}$ C:在该步骤期间,使用5 $^{\circ}$ C/分钟的加热速率。然后将样品冷却至0 $^{\circ}$ C,然后再加热至150 $^{\circ}$ C:在该步骤期间,使用5 $^{\circ}$ C/分钟的加热速率。对于所有实验,使用TZERO、PANS来确保没有发生水分蒸发。在第二次扫描期间检测T<sub>g</sub>,并将其定义为热容量阶跃变化的中点。使用Trios软件、TA仪器测定T<sub>g</sub>值。样品在特定水分含量下的T<sub>g</sub>值在表8中示出。

[0351] 为了进行比较,还以相同方式测量了Promitor SGF 70R、Promitor NGR 85、Fibersol-2NONGMO、Nutriose FM10、Nutriose FM6和Frutafit<sup>®</sup>HD的T<sub>g</sub>值。对附加样品使用与对Cargill抗性糊精1进行的相同的程序。样品在特定水分含量下的T<sub>g</sub>值在表8中示出。

[0352] 表8:不同水分含量(MC,重量%)的样品的T<sub>g</sub>(温度,以 $^{\circ}$ C为单位)。

Frutafit <sup>®</sup> HD	MC	0.0	3.7	8.2	12.1	/
	T <sub>g</sub>	141	64	33	16	/
Fibersol-2 NONGMO	MC	/	5.3	/	11.7	24.7
	T <sub>g</sub>	/	100	/	43	18
Promitor SGF 70 R	MC	0.0	6.0	8.8	10.8	/
	T <sub>g</sub>	152	63	38	19	/
Promitor NGR 85	MC	0.0	4.8	/	11.1	20.6
	T <sub>g</sub>	172	93	/	37	7
Nutriose FM6	MC	0.0	8.3	9.0	10.8	/
	T <sub>g</sub>	165	52	47	36	/
Nutriose FM10	MC	0.0	6.7	7.5	11.5	/
	T <sub>g</sub>	165	55	8	12	/
Cargill 抗性糊精 1	MC	0.0	5.5	8.8	37	/
	T <sub>g</sub>	142	68	37	17	/

[0353] 从表8可以看出,Cargill抗性糊精1与其他抗性糊精相比具有低T<sub>g</sub>值,并且与一种菊粉样品的T<sub>g</sub>类似。

[0354] 实施例8:测量Cargill抗性糊精1的单糖和二糖(DP1和DP2)含量

[0355] 以下非限制性实施例描述了如何测量Cargill抗性糊精1的单糖和二糖含量。

[0356] 在该非限制性实施例中,用HPLC色谱法测量了Cargill抗性糊精1的单糖和二糖含量。所用的柱为H-柱(30cm $\times$ 0.78cm)。这种柱的一个示例是Phenomenex的Rezex RHM-单糖。HPLC柱配备有自动进样器、柱温箱、HPLC泵和折射率检测器。柱中使用的洗脱液是0.001N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>溶液(0.1N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>在HPLC级水中以1:100稀释)。在实验过程中,柱温保持在75 $^{\circ}$ C,流速保持在0.6ml/min,并且折射率保持在环境温度。

[0357] 将Cargill抗性糊精1制成包含2重量%-3重量% Cargill抗性糊精1和水的溶液。然后将溶液注入HPLC中,并得到色谱图。

[0358] 为了确定单糖和二糖含量,对所得色谱图的面积%进行了分析。Cargill抗性糊精1的单糖和二糖含量在表9中示出。显示的值是葡萄糖和麦芽糖峰值的总和。

[0360] 为了进行比较,还以相同方式测量了Promitor SGF 70R、Promitor NGR 85和Fibersol-2NONGMO的单糖和二糖含量。对这些附加样品使用与对本发明的抗性糊精进行的相同的程序。样品的单糖和二糖含量在表9中示出。

[0361] 表9:样品的单糖和二糖含量。

样品	单糖和二糖含量
Cargill抗性糊精1	7.0重量%
Promitor SGF 70R	10.5重量%
Promitor NGR 85	4.0重量%
Fibersol-2NONGMO	1.5重量%

[0363] 从表9可以看出,Cargill抗性糊精1具有与市场上可获得的其他糖替代品相当的单糖和二糖含量。

[0364] 实施例9:测量Cargill抗性糊精1的右旋糖当量

[0365] 以下非限制性实施例描述了如何测量Cargill抗性糊精1的右旋糖当量。用于估计样品的右旋糖当量的典型方法是基于样品还原金属盐的能力。这种方法的一个示例是Lane-Eynon程序。

[0366] 在该非限制性实施例中,通过Lane-Eynon程序测量Cargill抗性糊精1的右旋糖当量。在该过程中,样品中包含的右旋糖和相关糖在受控的碱性溶液(费林氏溶液)中还原硫酸铜。右旋糖当量是以该样品中存在的还原类型糖的总量来测量的,以右旋糖表示,并以干样品的百分比来计算。

[0367] 该装置包括滴定组件。滴定组件在距气体燃烧器5cm的环架上安装了环支架,并在第一个环上方18cm处安装了第二个环。在下部环上15cm处放置敞开的金属丝网,以支撑200ml锥形瓶,并在上环上放置带有中心孔的10cm表面皿以偏转热量。然后,将25ml滴定管连接到环架上,使得尖端刚好穿过位于烧瓶上方中心的表面皿。然后将间接照明的白色表面置于组件后面用于观察终点。

[0368] 然后制备了两份费林溶液。通过将69.3g五水合硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )溶解在水中并稀释至1升来制备第一溶液。然后过滤该溶液。通过将346g酒石酸钾钠四水合物( $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ )和100g氢氧化钠( $\text{NaOH}$ )溶解在水中并稀释至1升来制备第二溶液。然后将溶液放置过夜并过滤。

[0369] 然后通过将一部分美国国家标准局无水右旋糖 $[\text{COH}(\text{CHOH})_4\text{CH}_2\text{OH}]$ 在真空烤箱中在100°C下干燥1小时来制备样品右旋糖溶液。然后将1.200g样品转移至200ml Kohlrausch烧瓶中,用水溶解、稀释至所需体积并混合。

[0370] 然后通过将1.0g水溶性亚甲蓝染料( $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{C}_1\text{N}_3\text{S} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )溶解在100ml水中制备亚甲蓝指示剂。

[0371] 向测定量的第一费林溶液中添加等量的第二费林溶液,并将所得溶液混合。然后将25.0ml该溶液置于200ml锥形瓶中,添加玻璃珠,并将烧瓶置于滴定组件的金属丝网上。调节燃烧器以达到沸点。加热后,在终点前从滴定管中添加右旋糖溶液至约0.5ml。使混合物沸腾并温和沸腾2分钟。当继续沸腾时,添加2滴亚甲蓝指示剂,并在该添加的1分钟内通过滴加糖溶液直至蓝色消失来完成滴定。

[0372] 然后通过制备如上所述的溶液来测定Cargill抗性糊精1的右旋糖当量。然后将溶

液转移到200ml Kohlrausch烧瓶中,并如上所述进行Lane-Eynon程序。

[0373] 然后进行以下计算:

$$\text{样品右旋糖溶液的还原糖(\%)} = \frac{200\text{ml} \times 0.12 \times 100\%}{\text{滴定度, ml} \times \text{样品右旋糖溶液重量(g)}}$$

[0374]

$$\text{右旋糖当量} = \frac{\text{样品右旋糖溶液的还原糖(\%)} \times 100}{\text{Cargill 抗性糊精 1 的干固体含量(\%)}}$$

[0375] Cargill抗性糊精1的右旋糖当量测定为基于干固体计12重量%。

[0376] 实施例10:测量Cargill抗性糊精1的HMF和糠醛含量

[0377] 以下非限制性实施例描述了如何测量Cargill抗性糊精1的HMF和糠醛含量。

[0378] 在该非限制性实施例中,在具有UV检测(在284nm波长下操作)的阳离子交换器上进行HPLC。流动相条件设定为在脱气、软化水中的0.0025M  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 溶液。所用的柱为Bio-Rad HPX 87C, 30cm×0.78cm(等效物仍然可用),柱温设定为65℃并且使用0.7ml/min的流速。

[0379] 实验中使用的化学品为:5-HMF (CAS 67-47-0,最少97%,例如Merck、Aldrich、Acros)、2-糠醛 (CAS 98-01-0,最少98%,例如Acros Chemicals)和 $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \times 4\text{H}_2\text{O}$  (CAS13477-34-4,例如Fisher Scientific,Merck)。

[0380] 首先使用含有50ppm至150ppm 5-羟甲基糠醛(5-HMF)和50ppm至150ppm 2-糠醛的标准溶液对设备进行校准。

[0381] 为了测定HMF和糠醛含量,制备了含有150ppm HMF的第一标准溶液和含有50ppm糠醛的第二标准溶液。然后将20μl的每种标准溶液注入HPLC柱中。然后,制备Cargill抗性糊精1的溶液。该溶液含有20重量%的作为干固体的Cargill抗性糊精1。然后,将20μl的Cargill抗性糊精1溶液注入HPLC柱中。

[0382] HMF含量用以下公式计算:

$$\text{HMF (ppm)} = \frac{\text{面积(Cargill 抗性糊精 1)} \times \text{ppm (标准 HMF)} \times 100}{\text{面积(标准 HMF)} \times \text{重量(Cargill 抗性糊精 1, 以 g 干固体/100ml 计)}}$$

[0384] 测量了Cargill抗性糊精1的HMF含量,并且结果在表10中示出。用相同的公式(HMF与糠醛交换)测量Cargill抗性糊精1的糠醛含量,并且结果在表10中示出。

[0385] 为了进行比较,还以相同方式测量了Promitor SGF 70R、Promitor NGR 85、Fibersol-2 NONGMO、Nutriose FM10、Nutriose FM6和Frutafit® HD的HMF含量。对这些附加样品使用与对Cargill抗性糊精1进行的相同的程序。样品的HMF和糠醛含量在表10中示出。

[0386] 表10:样品的HMF和糠醛含量。

[0387]

样品	HMF (ppm)	糠醛 (ppm)
Cargill 抗性糊精 1	<1	<1
Promitor SGF 70 R	5.3	<1
Promitor NGR 85	<1	<1
Fibersol-2 NONGMO	<1	<1
Nutriose FM10	10.5	<1
Nutriose FM6	2.1	<1
Frutafit® HD	<1	<1

[0388] 有利地,如表10中所示,Cargill抗性糊精1具有极低水平的HMF和糠醛存在。存在的HMF和糠醛的量低于1ppm。

[0389] 实施例11:测量Cargill抗性糊精1的重均分子量

[0390] 以下非限制性实施例描述了如何通过色谱法测量Cargill抗性糊精1的重均分子量。色谱法中使用的柱是串联的Shodex S-K804+Shodex KS-802 (均为钠型),在75℃下操作,并且使用柱前Bio-Rad脱灰系统。使用一组已知分子量的糖和普鲁兰多糖来对柱进行校准。对于每次校准,都绘制了分子量的对数与保留时间的关系图。

[0391] 将Cargill抗性糊精1以约10重量%干物质溶解在HPLC级水溶液中,然后通过0.45 μm一次性过滤器过滤。然后用Agilent HPLC系统分析样品。

[0392] 然后将含有Cargill抗性糊精1的溶液注入柱中,注入20μl。溶液以0.8ml/min的流速通过柱。

[0393] 使用差示折射率法来检测Cargill抗性糊精1的重均分子量。用Caliber装置(来自聚合物实验室的GPC包)处理数据。

[0394] 在每次运行完成后,数据处理装置将基线与色谱图拟合,然后将基线与色谱图之间的区域切割成大量小切片。记录每个切片的面积,并从校准曲线得出对应于每个切片的分子量。使用这些值,数据处理装置计算出重均分子量。结果在表11中示出。

[0395] 为了进行比较,还以相同方式测量了Promitor SGF 70R、Promitor NGR 85、Fibersol-2NONGMO、Nutriose FM10和Nutriose FM6的重均分子量。对这些附加样品使用与对Cargill抗性糊精1进行的相同的程序。样品的重均分子量在表11中示出。

[0396] 表11:样品的重均分子量。

样品	重均分子量 (g/mol)
Cargill抗性糊精1	1250-1750
Promitor SGF 70R	1250-1750
Promitor NGR 85	1750-2250
Fibersol-2NONGMO	2750-3250
Nutriose FM10	2500-3000
Nutriose FM6	3750-4250

[0398] 如表11所示,Cargill抗性糊精1与Promitor SGF 70R相比具有类似的重均分子量,并且与其他纤维相比具有较低的重均分子量。

[0399] 实施例12:测量Cargill抗性糊精1的形态

[0400] 以下非限制性实施例描述了如何测量Cargill抗性糊精的形态。

[0401] 在该非限制性实施例中,将Cargill抗性糊精1置于扫描电子显微镜(SEM;得自Hitachi的TM4000Plus台式显微镜)中。通过光栅扫描样品上的聚焦电子束并检测发射的任何二次电子或由样品反向散射的任何电子来获得图像。所用的电压为15kV,并且在没有任何预涂层的情况下进行样品分析。

[0402] 为了进行比较,还获得了Promitor SGF 70R、Promitor NGR 85、Fibersol-2NONGMO、Nutriose FM10和Nutriose FM6的图像。对这些附加样品使用与对Cargill抗性糊精1进行的相同的程序。所用的电压为15kV,并且在没有任何预涂层的情况下进行样品分析。

[0403] Cargill抗性糊精1有利地具有球形或几乎球形的形态。

[0404] 实施例13:确定粉末(颗粒)形式的Cargill抗性糊精1的水分含量以下非限制性实施例描述了如何确定Cargill抗性糊精1的水分含量。

[0405] 在该非限制性实施例中,用Mettler-Toledo (TGA/DSC 3+) 通过热重分析(TGA)测量Cargill抗性糊精1的水分含量。在测量之前自动校准装置(在三个点处的线性,没有外部操作)。

[0406] 然后将Cargill抗性糊精1称量到得自Mettler-Toledo的100 $\mu$ L铝坩埚中,将30mg Cargill抗性糊精称量到坩埚中。使用10 $^{\circ}$ C/min的加热速率,将热重分析装置的温度设定为25 $^{\circ}$ C至240 $^{\circ}$ C。将热重分析装置中的氮气流量设定为50ml/min。

[0407] 将装有Cargill抗性糊精的坩埚放入热重分析装置中,并使用Star软件测定水分含量。结果在表12中示出。

[0408] 为了进行比较,还以相同方式测量了Promitor SGF 70R、Promitor NGR 85、Fibersol-2NONGMO、Nutriose FM10、Nutriose FM6和Frutafit<sup>®</sup>HD的水分含量。对这些附加样品使用与对Cargill抗性糊精1进行的相同的程序。样品的水分含量在表12中示出。

[0409] 表12:样品的水分含量。

样品	水分含量(重量%)
[0410] Cargill 抗性糊精 1	4.0-4.5
Promitor SGF 70 R	3.5-4.0
Promitor NGR 85	33.5-4.0
[0411] Fibersol-2 NONGMO	4-5
Nutriose FM10	5.0
Nutriose FM6	6.0-6.5
Frutafit <sup>®</sup> HD	3.0-3.5

[0412] 实施例14:制备包含Cargill抗性糊精1的食品产品

[0413] 以下非限制性实施例描述了如何制备包含Cargill抗性糊精1的食品产品。

[0414] 表13列出了包含Cargill抗性糊精1以及Promitor SGF 70R、Promitor NGR 85、Fibersol-2NONGMO和Frutafit<sup>®</sup>HD的精制和未精制馅料中存在的每种组分的重量百分比。包含Cargill抗性糊精1的精制和未精制馅料称为未精制/精制产品A,包含Promitor SGF 70R的精制和未精制馅料称为未精制/精制产品B,包含Promitor NGR 85的精制和未精制馅料称为未精制/精制产品C,包含Fibersol-2NONGMO的精制和未精制馅料称为未精制/精制产品D,并且包含Frutafit<sup>®</sup>HD的精制和未精制馅料称为未精制/精制产品E。

[0415] 表13:精制/未精制产品A、B、C、D和E的组成。

所用的原材料	未精制/精制 产品 A	未精制/精制 产品 B	未精制/精制 产品 C	未精制/精制 产品 D	未精制/精制 产品 E
糖霜 S0, Sudz ü cker	23.2	22.95	24.45	24.35	23.2
可可粉, Gerkens™ 10-12% GT78	8	8	8	8	8
棕榈椰子共混物 Cremoflex® F3303	34	34	34	34	34
脱脂奶粉 (婴儿级) Armor 蛋白质	12	12	12	12	12
流体卵磷脂, Leciprime™ 1400 IPM	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
天然香草风味剂 W1075P, Prova	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
Dextrin SweetWise™可溶性 纤维 DC (Cargill 抗性糊精 1)	22.4				
Promitor SGF 70 R		22.65			
Promitor NGR 85			21.15		
Fibersol-2 NONGMO				21.25	
Frutafit® HD					22.4

[0416] 制备未精制馅料的方法需要在制备未精制馅料前一天将任何脂肪和混合碗置于烘箱(所用的烘箱是Memmert, UF110)中。将混合碗和脂肪在45°C的温度下加热。然后,在制备未精制馅料的当天,将所有粉末称重并在塑料袋中共混。将粉末添加到现在很热的混合碗中,并添加25重量%的脂肪并手动共混混合物以避免粉末损失。然后将混合物自动混合5分钟。将混合物刮下,并再次自动混合5分钟。添加任何剩余的脂肪和卵磷脂。然后将混合物手动混合,然后自动混合5分钟。将混合物刮下并混合10分钟。然后将装有混合物的碗放入烘箱中,在45°C的温度下保持至少一个小时,并且至多24小时。然后将碗从烘箱中取出,并将混合物转移到塑料烧杯中。布置约23个更小的碗或杯子并将其填充有50g混合物。将装有混合物的碗或杯子转移到温度为4°C的冰箱中并冷却20分钟。将碗或杯子从冰箱中取出,10分钟后在碗或杯子上盖上盖子。然后将未精制馅料储存在温度为20°C并且相对湿度为40%的条件下。

[0417] 制备精制馅料的方法需要在制备精制馅料前一天加热任何脂肪和混合碗。将混合碗电加热至45°C的温度。然后,在制备精制馅料的当天,将所有粉末称重并在塑料袋中共混。将粉末添加到现在很热的混合碗中,并添加22重量%的脂肪并手动共混混合物。然后将混合物自动混合10分钟。将混合物刮下,并再次自动混合5分钟。通过使用3辊式精制机(Buhler SDY 200)将混合物精制至25µm的粒度。然后将精制的薄片转移回热碗中。添加任何剩余的脂肪和卵磷脂。然后将混合物手动混合,然后自动混合10分钟。将混合物刮下并混合10分钟。将混合物转移到桶中,然后放入45°C的烘箱中至少一个小时,并且至多24小时。然后将桶和混合物从烘箱中取出,并将混合物转移到塑料烧杯中。布置约23个更小的碗或杯子并将其填充有50g混合物。将装有混合物的碗或杯子转移到温度为4°C的冰箱中并冷却20分钟。将碗或杯子从冰箱中取出,10分钟后在碗或杯子上盖上盖子。然后将精制馅料储存

在温度为20℃并且相对湿度为40%水分的条件下。

[0419] 表14列出了所制备的包含Cargill抗性糊精1以及Promitor SGF 70R、Promitor NGR 85、Fibersol-2NONGMO和Frutafit®HD的巧克力中存在的每种组分的重量百分比。包含Cargill抗性糊精1的巧克力产品称为巧克力A,包含Promitor SGF 70R的巧克力产品称为巧克力B,包含Promitor NGR 85的巧克力产品称为巧克力C,包含Fibersol-2NONGMO的巧克力产品称为巧克力D,并且包含Frutafit®HD的巧克力产品称为巧克力E。

[0420] 表14:巧克力A、B、C、D和E的组成。

所用的原材料	巧克力A	巧克力B	巧克力C	巧克力D	巧克力E
糖霜 S0, Sudzucker	20.1	19.85	21.3	21.2	20.1
可可液 WAF 04	10.7	10.7	10.7	10.7	10.7
可可脂 PPP00; Full Deo	24.5	24.5	24.5	24.5	24.5
[0421] 全脂奶粉 26%	22.6	22.6	22.6	22.6	22.6
流体卵磷脂, Leciprime™ 1400 IPM	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
天然香草风味剂 W1075P, Prova	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
Cargill 抗性糊精 1	21.5				
Promitor SGF 70 R		21.75			
Promitor NGR 85			20.3		
Fibersol-2 NONGMO				20.4	
Frutafit® HD					21.5

[0422] 制备巧克力的方法需要加热可可脂和可可液以及混合碗。将可可脂、可可液和混合碗进行电加热。然后称量所有粉末,放在一起并共混(在塑料袋中)。然后将粉末转移到很热的混合碗中,并添加所有可可液和10重量%至14重量%的可可脂。手动共混混合物以混合脂肪和粉末,然后自动混合10分钟。然后将混合物刮下,然后再混合5分钟。然后使用3辊式精制机(Buhler, SDY 200)将混合物的粒度精制至25µm的粒度。然后将精制的混合物转移到热精炼(Buhler ELK 0005-V)设备(在60℃的温度下)并暴露于干燥精炼步骤5.5小时。然后,添加任何剩余的脂肪和卵磷脂。然后将混合物再进行0.5小时的湿法精炼步骤。

[0423] 实施例15:测量未精制和精制馅料A、C、D和参考产品的硬度

[0424] 以下非限制性实施例描述了如何测量未精制和精制产品的硬度。

[0425] 在该非限制性实施例中,使用质构分析仪(StableMicroSystems, TA.XTplus C)来确定破坏、压缩或渗透未精制和精制产品所需的力。可以使用具有圆柱探针的质构分析仪来测量脂肪基馅料的硬度。质构分析仪包括臂,该臂以一定的速度向下推动圆柱探针一定距离,测量样品的阻力(其是与向下的力相反的力)。记录该电阻。较硬的样品对穿透圆柱体的阻力更大,从而对测力传感器施加较大的力。测力传感器检测施加的“力”或“阻力”的大小。测力传感器基本上用作测量样品阻力的“重量”的“天平”。圆筒有不同的尺寸和材料,并且选择取决于容器(用于储存待测量的馅料)的尺寸。圆筒直径必须是容器直径的1/3。这是为了避免影响结果的“壁效应”。圆筒的材料类型取决于待测量的样品,但对于脂肪基馅料,可以使用迭尔林和铝探针两者。在整个系列中始终使用相同的圆筒和容器非常重要。只有

当圆筒、容器和设备设置在整个测试中保持相同时,才能进行试验之间的比较。储存和测量温度保持在20°C的温度和40重量%水分的相对湿度,因为脂肪基产品的硬度会随温度而变化。

[0426] 在该非限制性实施例中,将未精制产品A在烘箱中在45°C的温度下熔融过夜。将熔融的未精制产品A搅拌直至均匀。将未精制产品A以等量倒入容器中,然后放入4°C温度的冰箱中30分钟。然后取出未精制产品A,并在20°C的温度下储存24小时。然后将未精制产品A置于质构分析仪上,并降低分析仪的移动臂直至探针刚好位于样品上方(实际上并未接触样品)。然后将未精制产品A置于质构分析仪上,并降低分析仪的移动臂直至探针刚好位于未精制产品A上方(实际上并未接触未精制产品A)。将未精制产品A进行固定化。然后,质构分析仪测量未精制产品A的硬度。探针以0.5mm/s的速度向下移动并穿透产品表面的顶部10mm。重复测量5-10次,并确定平均硬度测量值。在制备未精制产品A后的第一天、第十四天、第三十天、第六十天和第九十天重复测量,结果是在该时间段内测量的硬度值范围。对精制产品C和D进行相同的操作。结果在表15中示出。

[0427] 为了进行比较,测量了精制产品A、C和D的硬度。使用与对未精制产品A进行的相同的程序。结果在表15中示出。

[0428] 为了进行进一步的比较,测量了不含任何替代纤维的精制和未精制产品的全糖参考产品的硬度。如表13所示,全糖参考产品含有糖而不是抗性糊精,其他成分相同:参考产品因此含有45.6重量%的糖。使用与对未精制和精制产品进行的相同的程序。精制和未精制馅料的硬度在表15中示出。

[0429] 表15:精制和未精制产品A、C和D以及全糖参考产品的硬度。结果是在制备产品后一天、十四天、三十天、六十天和九十天测量的硬度值范围。

产品类型	产品/产品包括	硬度(以g计的力)
[0430] 未精制	全糖参考产品	2000-3000
	未精制产品 A	2000-3100
	未精制产品 C	4000+
	未精制产品 D	4000+
精制	全糖参考产品	9000-23000
	精制产品 A	9000-20000
	精制产品 C	9000-20000
	精制产品 D	9000-17000

[0431] 从表15可以看出,Cargill抗性糊精1(未精制和精制产品A)产生具有与全糖参考产品类似硬度的最终产品。

[0432] 实施例16:测量巧克力产品A、B、C、D和参考产品的硬度

[0433] 以下非限制性实施例描述了如何测量巧克力产品A、B、C、D和全糖参考产品的硬度。

[0434] 在该非限制性实施例中,使用质构分析仪(StableMicroSystems,TA.XT plus C)来确定破坏、压缩或渗透产品所需的力。可以使用具有针状穿刺探针的质构分析仪来测量巧克力片的硬度。质构分析仪的臂以一定的速度向下推动探针一定距离,测量产品的阻力(其是与向下的力相反的力)。该阻力可以记录在力与时间的图中。较硬的产品对穿透针的阻力更大,从而对测力传感器施加较大的力。测力传感器检测施加了多少“力”或“阻力”:测

力传感器基本上充当测量产品阻力的“重量”的“天平”。计算最大穿透力并用于计算产品的硬度。可计算(力与时间)图下的面积,并与渗透功相对应。由于产品的硬度会随着时间而改变,因此需要控制储存和测量温度。

[0435] 在该非限制性实施例中,通过将450g产品在烘箱中在45°C的温度下熔融过夜来制备巧克力A。然后将双夹套水浴预加热至33.0°C至33.2°C的温度。用勺子将融化的巧克力均化,然后将198.0g融化的巧克力转移到双夹套水浴中。然后,分别称量2g可可脂晶种(Mycryo, Barry Callebaut)。然后将双翅片搅拌器降低到填充的双夹套水浴的底部并开始预结晶过程。预结晶是通过同时启动搅拌器(以51rpm)和计时器(时间零点是计时器启动的时间)来实现的,从时间零点开始10分30秒后,在30秒内添加可可脂晶种。然后在从时间零点开始16分钟30秒后,将混合速度提高至158rpm。然后在从时间零点开始18分30秒后,停止搅拌器。然后可将巧克力倒入巧克力模具中,并用T形刮刀刮去任何多余的巧克力。巧克力模具是圆盘形状的磁性模具。在样品与磁性模具之间放置一张烘焙纸。将模具放入温度为4°C-5°C的冰箱中30分钟。然后将巧克力从磁性模具中取出并在20°C下储存在封闭容器中。在样品与磁性模具之间放置一张烘焙纸。将模具放入温度为4°C-5°C的冰箱中30分钟。然后将巧克力从磁性模具中取出并在20°C下储存在封闭容器中。然后将巧克力置于质构分析仪上,并降低分析仪的移动臂直至探针刚好位于巧克力上方(实际上并未接触样品)。巧克力被固定住。然后,质构分析仪测量了巧克力的硬度。探针以0.5mm/s的速度向下移动,并且穿透巧克力表面的顶部2mm。重复测量5-10次,并确定平均硬度测量值。结果在表16中示出。

[0436] 为了进行比较,还以相同方式测量了巧克力B、C和D的硬度。使用与对巧克力A进行的相同的程序。结果在表16中示出。

[0437] 为了进行进一步的比较,测量了不含任何替代纤维的全糖参考产品的硬度。如表14所示,全糖参考产品含有糖而不是抗性糊精,其他成分相同:参考产品因此含有41.6重量%的糖。使用与对巧克力A进行的相同的程序。结果在表16中示出。

[0438] 表16:包含Cargill抗性糊精1的巧克力产品和包含替代纤维的巧克力产品在制备巧克力产品一天后的硬度。

产品	硬度(以g计的力)
全糖参考产品	3500-4500
巧克力A	3500-4500
巧克力B	3000-4500
巧克力C	3500-4500
巧克力D	3500-4500

[0440] 从表16可以看出,Cargill抗性糊精1(在巧克力A中)产生具有与全糖参考产品类似硬度的最终产品。

[0441] 实施例17:测量精制馅料、未精制馅料和巧克力产品的流变性

[0442] 以下非限制性实施例描述了如何使用流变仪(Anton paar MCR 72,具有杯和圆筒几何形状)装置测量包含Cargill抗性糊精(或其它纤维)的食品产品的剪切粘度。所用的圆筒是CC27,使用空气冷却/加热系统将杯子的温度控制在40°C。在使用前将设备预热至40°C。

[0443] 在使用前,使用热稳定池E.V.A 100MS-Din或热稳定池CT MS-DIN对装置进行校

准,其中水浴和泵工作以使校准油达到40.0℃的温度。

[0444] 将未精制馅料A在45℃下操作的烘箱中液化最少12小时。该步骤确保所有脂肪都处于液化状态。然后通过搅拌将未精制馅料A均化,然后将15g至20g添加到流变仪的杯中。然后将未精制馅料A在设备中在40℃下平衡。然后将未精制馅料A以 $5\text{s}^{-1}$ 预剪切500s以均化并控制样品的温度。在该间隔中没有记录任何测量点。然后使未精制馅料A经受 $2\text{s}^{-1}$ 至 $50\text{s}^{-1}$ 的剪切速率梯度,在180秒内有18个点。然后对未精制馅料A以 $50\text{s}^{-1}$ 进行恒定剪切,持续60秒。然后使未精制馅料A经受 $50\text{s}^{-1}$ 至 $2\text{s}^{-1}$ 的剪切速率梯度,持续180秒。在最后的剪切步骤期间,使用Rheocompass软件根据IOCCC2000标准方案对未精制馅料A进行分析,并使用Casson模型进行计算。未精制馅料A的剪切粘度在表15中示出。对精制馅料A和巧克力A进行相同的程序。

[0445] 为了进行比较,以相同的方式测量了未精制馅料B、C、D和E、精制馅料A、B和E以及巧克力A、B、C和D的剪切粘度。使用与对未精制馅料A进行的相同的程序。产品的剪切粘度在表17中示出。

[0446] 为了进行进一步的比较,测量了不含任何替代纤维的全糖参考产品的剪切粘度。如表13所示,全糖参考产品含有糖而不是抗性糊精,其他成分相同:参考产品因此含有45.6重量%的糖。使用与对未精制馅料A进行的相同的程序。全糖参考产品的剪切粘度在表17中示出。

[0447] 表17:精制馅料A、B、C、E和D、未精制馅料A、B和E以及巧克力A、B、C和D以及全糖参考产品的剪切粘度。

产品类型	产品/产品包括	剪切粘度 (Pa.s)
[0448] 未精制产品	全糖参考产品	1.05
	未精制馅料 A	1.41
	未精制馅料 B	0.95
	未精制馅料 C	1.60
[0449] 精制产品	未精制馅料 E	1.53
	未精制馅料 D	1.80
	全糖参考产品	0.98
	精制馅料 A	1.17
	精制馅料 B	1.36
	精制馅料 E	1.21
	巧克力产品	全糖参考产品
巧克力 A		0.97
巧克力 B		0.61
巧克力 C		0.97
巧克力 D		1.13

[0450] 从表17可以看出,Cargill抗性糊精1产生具有与全糖参考产品类似剪切粘度的最终产品。

[0451] 实施例18:对未精制馅料进行感官测试

[0452] 以下非限制性实施例列出了由一组品尝未精制馅料A的受过训练的品尝师获得的数据。该组受过培训的品尝师经过培训以分析未精制馅料A的某些属性。

[0453] 在该实施例中,对未精制馅料A的取样重复了三次,并且小组品尝师的数量分别为9(第一次评估)、11(第二次评估)和10(第三次评估)。每次在室温下向小组提供15g未精制馅料A。每份未精制馅料A被描述为三位数代码。让小组成员吞咽未精制馅料A。小组成员在尝试每份未精制馅料A之间有五分钟的时间,然后再尝试下一种。小组使用表18来对未精制馅料A进行评估。

[0454] 表18:列出用于评估未精制馅料A的描述性术语的表。

外观		低	高
颜色	样品表面处的颜色强度	浅棕色	深棕色
味道			
甜味	与糖或甜味剂相关的基本味道	不甜	非常甜
[0455] 酸味	与酸(柠檬酸、苹果酸、乳酸)相关的基本味道	不酸	非常酸
苦味	与咖啡因、啤酒花、奎宁相关的基本味道	不苦	非常苦
可可味	通常与可可豆、可可粉相关的苦涩辛辣味道。有时是干粉笔的味道。	无可可味	很重的可可味
巧克力	如巧克力产品中均衡圆润的巧克力味道。	无巧克力味	很重的巧克力味
碱味	复杂的味道变得平淡。与更少甜味、更少酸味、更少烘焙味道相关。	无碱味	很重的碱味
[0456] 烘烤味	味道与适度的加热食品有关。与烘烤可可豆或咖啡相关。	无烘烤味	很重的烘烤味
焦糖	与加热的糖相关的味道,呈奶油色至浅棕色变色。	无焦糖味	很重的焦糖味
坚果味	与非烘烤味相关的味道,尤其是杏仁和榛子(如在 Nutella 中)	无坚果味	很重的坚果味

[0457] 味道分析的结果是,确定了未精制馅料A的颜色为深棕色,具有很轻的苦味、很轻的酸味、很重的甜味,并且具有很重的可可味和巧克力味和很轻的焦糖味。

[0458] 实施例19:制备抗性糊精(液体形式)

[0459] 制备了本发明的抗性糊精(液体形式)。在本实施例中,将所生产的抗性糊精(液体形式)称为“液体形式的Cargill抗性糊精1”。

[0460] 在该非限制性实施例中,按照以下步骤制备“液体形式的Cargill抗性糊精1”:

[0461] (a) 提供糖进料,该糖进料包含基于干固体计至少55重量%的右旋糖和右旋糖低聚物;

[0462] (b) 将所述糖进料加热至至少60°C的温度;

[0463] (c) 添加酸化催化剂以形成酸性组合物;

[0464] (d) 将酸性组合物加热至至少190°C;

[0465] (e) 通过第一微装置注入酸性组合物,以使右旋糖和/或右旋糖低聚物与酸催化剂在水的存在下反应足以产生第一反应组合物的时间,其中至少85重量%的右旋糖和/或右旋糖低聚物已经反应,并且其中第一反应组合物包含至少60重量%的干固体;

[0466] (f) 从第一反应组合物中提取水,以获得包含至少98重量%干固体的贫水组合物;

[0467] (g) 通过第二微装置注入贫水组合物,以使任何未反应的右旋糖和/或右旋糖低聚

物与酸催化剂在至少220°C的温度下反应足以产生第二反应组合物的时间,其中至少92重量%的右旋糖和/或右旋糖低聚物已经反应,并且其中第二反应组合物包含至少70重量%的干固体;以及

[0468] (h) 精制第二反应组合物以形成液体形式的Cargill抗性糊精1。

[0469] 实施例20:制备包含液体形式的Cargill抗性糊精1的食品产品-冰淇淋

[0470] 以下非限制性实施例描述了如何制备包含液体形式的Cargill抗性糊精1的食品产品。

[0471] 表19列出了包含液体形式的Cargill抗性糊精1的冰淇淋以及包含Promitor SGF 70L和Nutriose FM10的冰淇淋中存在的每种组分的重量%。包含液体形式的Cargill抗性糊精1的冰淇淋被称为冰淇淋A,包含Promitor SGF 70L的冰淇淋被称为冰淇淋B,并且包含Nutriose FM10的冰淇淋被称为冰淇淋C。

[0472] 冰淇淋D是参考冰淇淋,其中冰淇淋中的糖都没有被替代成分取代。冰淇淋D是参考冰淇淋。

[0473] 在冰淇淋A、B和C中,65%的总糖(所有的结晶糖(称为S2 Tiense suiker)和部分葡萄糖-果糖糖浆)被液体形式的Cargill抗性糊精1、Promitor SGF 70L或Nutriose FM10中的一种取代。

[0474] 冰淇淋A、B、C和D中的每一种中每种组分的重量%在表19中示出,并按干物质计算。

[0475] 表19:冰淇淋A、B、C和D的以重量%计的组成。

所用的原材料	冰淇淋A	冰淇淋B	冰淇淋C	冰淇淋D (参考)
自来水	58.37	58.97	62.87	62.40
精制椰子油 CN25	6	6	6	6
脱脂奶粉(婴儿级) Armor 蛋白质	5.50	5.50	5.50	5.50
[0476] 乳清蛋白浓缩物 WPC30	4.50	4.50	4.50	4.50
糖(S2 Tiense suiker)				9
葡萄糖-果糖糖浆 C*Sweet F 017Y4	9	9	9	12
液体形式的 Cargill 抗性糊精 1	16			
Promitor SGF 70 L (液体) *		15.40		
Nutriose FM10 (粉末)			11.50	
Lygomme FM3670	0.60	0.60	0.60	0.60
阿斯巴甜	0.018	0.018	0.018	
[0477] 乙酰磺胺酸钾	0.012	0.012	0.012	

[0478] \*Promitor SGF 70L是液体形式的Promitor SGF 70R。

[0479] 制备冰淇淋的方法需要在制备冰淇淋前一天将任何脂肪置于烘箱(所用的烘箱是Memmert, FED 720)中。将脂肪加热至65°C的温度。然后,在制备冰淇淋的当天,将所有粉末称重并在塑料袋中共混。将自来水加热至70°C的温度并添加到25升桶中。将共混的粉末添加到水中,并使用台风高剪切混合器以1500rpm混合1分钟以形成液体混合物。将葡萄糖-果糖糖浆和纤维(如果是液体,如液体形式的Cargill抗性糊精1和Promitor SGF 70L-

Nitriose FM10 (粉末) 与粉末一起添加的情况) 添加到液体混合物中并以1500rpm混合1分钟。然后,将脂肪(以烘箱中的熔融脂肪的形式)添加到液体混合物中并使用台风高剪切混合器在高剪切下以1500rpm共混10分钟。使用GEA TDS 00A1847对现已均匀的混合物进行热处理、均化和冷却。热处理在86°C下进行30秒,然后在180+30巴下均化,随后在10°C下冷却。然后将混合物收集在已消毒的25升桶中,然后用盖子封闭。将桶转移到5°C的冰箱中,并进行18小时的老化处理。第二天使用Tetra Hoyer KF 80连续冷冻机将混合物冷冻并充气。将混合物冷冻至-6°C并充气,目标是达到100%膨胀。将现已冷冻的冰淇淋无菌地装入1000ml和250ml的塑料罐中,然后在Koma KCF-15鼓风冷冻机中在-40°C下快速冷却4小时以硬化并完全结晶化。4小时后,将塑料罐转移到在-18°C的冷冻机中进行的最终储存阶段。

[0480] 实施例21:测量冰淇淋产品A、B、C和D的融化曲线

[0481] 以下非限制性实施例描述了如何测量冰淇淋A、B、C和D的融化曲线。

[0482] 在该非限制性实施例中,使用四台天平(Mettler Toledo NewClassic MF ML2001)以及Mettler Toledo简易服务/应用控制器软件来同时确定冰淇淋A、B、C和D在室温(20°C)下的融化速度。在测试之前,将O形支架连接到四个天平中的每一个上方的金属杆上。在这些支架上,安装了金属网格以允许熔融形式的冰淇淋流过。将塑料容器置于每个天平的顶部上以收集熔融冰淇淋,并允许称量达到天平的熔融冰淇淋的量并通过软件记录。

[0483] 在该非限制性实施例中,将每种冰淇淋产品分别置于250ml罐中,然后在-20°C的温度下放入冷冻机中过夜。然后将每个冰淇淋分别从冷冻机中取出,并分别记录每个塑料罐和冰淇淋的重量。然后通过使用刀移除塑料罐的底部,然后沿着塑料罐的侧面移除每个塑料罐,以便将每个冰淇淋单独地脱模到网格上。测量空塑料罐的重量,以便可以调节冰淇淋的重量(例如,塑料罐加上冰淇淋减去塑料罐的重量等于冰淇淋的绝对重量)。对每种冰淇淋A、B、C和D尽可能快地重复这一过程。在将所有冰淇淋置于它们随后的网格上之后,通过软件启动该程序。每10秒,软件记录天平的重量并存储该值。当所有冰淇淋融化时或者在180分钟之后(以最短时间为准),该过程完成。

[0484] 每种冰淇淋的时间与重量的测量结果在表20中示出。

[0485] 表20:冰淇淋A、B、C和D的时间与重量关系的结果。

时间	冰淇淋 A	冰淇淋 B	冰淇淋 C	冰淇淋 D
融化 10g 的时间 (分钟)	26	26	27	27
融化 30g 的时间 (分钟)	35	37	41	38
融化 60g 的时间 (分钟)	51	59	61	55
[0486] 融化 90g 的时间 (分钟)	67	75	75	70
融化 120g 的时间 (分钟)	81	91	86	84
融化 150g 的时间 (分钟)	95	106	103	99
融化 180g 的时间 (分钟)	114	129	123	116

[0487] 实施例22:测量冰淇淋产品预混物的颜色

[0488] 以下非限制性实施例描述了如何使用色度计(柯尼卡美能达CM-5分光光度计(Konica Minolta CM-5spectrophotometer))装置测量包含液体形式的Cargill抗性糊精1(或其它纤维)的食品产品的颜色。

[0489] 在该非限制性装置中,使用CIELAB颜色空间(也称为CIE L\*A\*B\*)作为模型来确定作为预混物的每种冰淇淋的颜色。在使用前,使用CM-A124 Zero校准盒对测量CIELAB颜色空间的色度计进行校准。

[0490] 为了形成冰淇淋预混物,将冰淇淋A、B、C和D分别在5℃下熟化18小时以形成预混物。冰淇淋A形成冰淇淋预混物A,冰淇淋B形成冰淇淋预混物B,冰淇淋C形成冰淇淋预混物C,并且冰淇淋D形成冰淇淋预混物D。形成预混物后,将不同的冰淇淋预混物装入单独的培养皿直至培养皿高度的四分之三。将培养皿单独置于比色计的顶部。然后对冰淇淋预混物的颜色进行三次测量,并通过色度计自动计算平均结果。用于该测量的参数概述于表21中。对每种冰淇淋A、B、C和D重复该程序。结果在表22中示出。

[0491] 表21:用于标准颜色测量的参数设置

[0492] 自动测量	3次(重复三次)
颜色空间	L*a*b* ΔE 00
颜色指数	无
观察者	10度
光源1	D65
光源2	无
测量类型	培养皿
测量面积	30mm
SCI/SCE*	SCE(排除)
校准工具	圆柱形黑色管

[0493] \*其中SCI是包括的镜面反射分量,SCE是排除的镜面反射分量。

[0494] 表22:冰淇淋预混物A、B、C和D的颜色。

[0495]	冰淇淋预混物A	冰淇淋预混物B	冰淇淋预混物C	冰淇淋预混物D
L	88.74	87.76	88.76	89.01
A	-1.98	-1.51	-2.11	-2.15
B	14.7	15.88	16.08	14.25
$\Delta E^*$	0.41	1.54	1.12	

[0496] \*其中 $\Delta E$ 是参考样品(冰淇淋预混物D)与冰淇淋预混物A、B和C中的每一种之间的平均差值。

[0497] 有利地,冰淇淋预混物A(其包含液体形式的Cargill抗性糊精1)具有低于1的 $\Delta E$ 值。

[0498] 实施例23:制备包含液体形式的Cargill抗性糊精1的食品产品-番茄酱

[0499] 以下非限制性实施例描述了如何制备包含液体形式的Cargill抗性糊精1的食品产品。

[0500] 表23列出了包含液体形式的Cargill抗性糊精1的番茄酱中存在的每种组分的重量%。50%糖减少并且包含液体形式的Cargill抗性糊精1的番茄酱被称为番茄酱B,25%糖减少并且包含液体形式的Cargill抗性糊精1的番茄酱被称为番茄酱C,并且15%糖减少并且包含液体形式的Cargill抗性糊精1的番茄酱被称为番茄酱D。

[0501] 番茄酱A是参考番茄酱,其中没有糖被替代成分取代。番茄酱A含有18重量%的糖。番茄酱A是参考番茄酱。

[0502] 番茄酱A、B、C和D中的每一种中每种组分的重量%在表23中示出。

[0503] 表23:番茄酱A、B、C和D的以重量%计的组成。

[0504]	所用的原材料	番茄酱 A	番茄酱 B	番茄酱 C	番茄酱 D
	番茄酱浓缩物(28%)(Elvea)	30	30	30	30
	糖(Tirlemont-S2)	18	9	13.5	15.3
	醋(7%)(Colruyt-每天)	5	5	5	5
	淀粉C* Tex 06205	2	2	2	2
	液体形式的Cargill抗性糊精1	0	12.8	6.4	3.8
	盐(Colruyt-每天)	1.5	1.5	1.5	1.5
	水	43.5	39.7	41.6	42.4

[0505] 制备番茄酱的方法需要首先将所有干成分共混在一起。这包括将糖、淀粉和盐称重放入塑料袋中,然后手动摇晃混合,直至干成分均匀。将湿成分称重并直接计量加入IKA反应器(IKA®LR 1000basic)中。这包括番茄浓缩物、醋、水和液体形式的Cargill抗性糊精(任选地,取决于所形成的番茄酱)。在湿成分之上添加粉末成分,并在IKA反应器中以800rpm搅拌2分钟。2分钟后,当混合物均化时,将IKA反应器设定为95°C-130RPM。当混合物(番茄酱)达到95°C时,将混合物以130RPM再混合5分钟。混合完成后,形成番茄酱并将其计量加入100ml的塑料罐中。每个塑料罐装满后,将装有番茄酱的塑料罐转移至冰浴(约1°C-4°C)中以快速冷却至室温(20°C)。冷却后,将塑料罐用盖子封闭,并在4°C下在冰箱中储存。

## [0506] 实施例24:测量番茄酱的粘度曲线

[0507] 以下非限制性实施例描述了如何测量番茄酱A、B、C和D的剪切粘度。

[0508] 在该非限制性实施例中,使用流变仪装置测量番茄酱A、B、C和D的剪切粘度。所用的装置为具有杯子和圆筒几何形状的Anton paar MCR 51,其中所用的圆筒是CC27,并且使用空气冷却/加热系统将杯子的温度控制在20℃。在使用前将装置预热至20℃。

[0509] 在使用前,使用热稳定池E.V.A 100MS-Din或热稳定池CT MS-DIN对装置进行校准,其中水浴和泵工作以使校准油达到40.0℃的温度。

[0510] 使用前将每种番茄酱分别从冰箱中取出。将每种番茄酱分别添加到流变仪的杯子中,直至杯子充满五分之四。然后将每种番茄酱分别在设备中于20℃平衡1分钟。然后使每种番茄酱分别经受具有增加的剪切速率的测量程序。测量程序使每种番茄酱分别经受 $1\text{s}^{-1}$ 至 $200\text{s}^{-1}$ 的对数剪切速率梯度,在400秒内有40个点。每种番茄酱的粘度作为剪切速率的函数在表24中示出。

[0511] 对所有的番茄酱B、C和D进行相同的程序。

[0512] 为了进行进一步的比较,测量了番茄酱A的剪切粘度。番茄酱A含有糖而不是液体形式的Cargill抗性糊精1(如表23所示),其他成分相同。对番茄酱A进行与番茄酱B、C和D相同的程序。番茄酱A的粘度作为剪切速率的函数在表24中示出。

[0513] 表24:番茄酱A、B、C和D的剪切速率与粘度。

剪切速率 ( $\text{s}^{-1}$ )	番茄酱 A	番茄酱 B	番茄酱 C	番茄酱 D
1.001	0.4441	0.4275	0.4148	0.3893
1.146	0.48435	0.4659	0.4732	0.42275
1.312	0.52825	0.50915	0.516	0.4603
1.503	0.5776	0.5571	0.5639	0.5026
1.722	0.63325	0.6101	0.6171	0.54895
1.972	0.6942	0.66605	0.67625	0.59955
2.26	0.76075	0.731	0.74255	0.65555

[0514]

	2.589	0.93315	0.80225	0.8421	0.71805
	2.964	0.91775	0.8798	0.8893	0.789
	3.396	1.00705	0.9042	0.9781	0.8673
	3.892	1.112	1.0591	1.074	0.94945
	4.458	1.225	1.1645	1.1835	1.0415
	5.105	1.3595	1.283	1.3105	1.146
	5.85	1.507	1.4205	1.4555	1.26
	6.699	1.6665	1.564	1.613	1.4015
	7.674	1.859	1.7445	1.793	1.5475
	8.793	2.0565	1.9325	1.9865	1.7145
	10.07	2.2835	2.1625	2.209	1.9055
	11.54	2.5385	2.4115	2.4575	2.109
	13.21	2.82	2.6775	2.7345	2.343
	15.14	3.134	2.9675	3.0425	2.6105
	17.35	3.4375	3.3015	3.388	2.803
	19.86	3.8335	3.6795	3.7645	3.236
[0515]	22.75	4.1965	4.086	4.184	3.5895
	26.07	4.6485	4.5335	4.658	3.982
	29.86	5.114	5.012	5.1305	4.4055
	34.2	5.698	5.5605	5.779	4.8865
	39.18	6.261	6.1175	6.401	5.3765
	44.89	6.8915	6.842	7.106	6.0115
	51.41	7.6845	7.572	7.9145	6.671
	58.9	8.442	8.3255	8.7675	7.3845
	67.45	9.1785	9.2795	9.698	8.209
	77.27	10.1475	10.389	10.775	9.1355
	88.52	11.255	11.52	12.075	10.1405
	101.4	12.43	12.735	13.405	11.22
	116.1	13.665	14.095	14.81	12.435
	133	15.06	15.75	16.4	13.84
	152.4	16.72	17.585	18.29	15.45
	174.6	18.575	19.595	20.495	17.135
	200	20.67	21.745	22.845	19.075

[0516] 在前面的描述或以下权利要求或附图中公开的特征以其特定形式或以用于执行所公开的功能的装置来表示,或用于适当地获得所公开的结果的方法或过程可单独地或以此类特征的任何组合用于以其各种不同的形式实现本发明。

[0517] 尽管已描述了本发明的某些示例性方面,但所附权利要求书的范围并非旨在仅限于这些实施例。权利要求应按字面意思、有目的地和/或涵盖等同物进行理解。