



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0212783-0 B1

(22) Data do Depósito: 15/10/2002

(45) Data de Concessão: 06/10/2015
(RPI 2335)



(54) Título: COMPOSIÇÃO SECADA POR BORRIFO, MÉTODO PARA A PREPARAÇÃO DE UM PRODUTO PARTICULADO, SISTEMA DE SUPRIMENTO GRANULAR, MÉTODO PARA AROMATIZAR UM PRODUTO ALIMENTÍCIO OU DE BEBIDA, MÉTODO PARA APERFEIÇOAR, AUMENTAR OU MODIFICAR AS PROPRIEDADES DE FRAGRÂNCIA DE UMA COMPOSIÇÃO, PRODUTO ALIMENTÍCIO OU DE BEBIDA, E, PRODUTO OU ARTIGO AROMATIZANTE

(51) Int.Cl.: A23L 1/22; A23L 1/0532; A23L 3/46; A23L 1/05; A23P 1/04

(30) Prioridade Unionista: 18/10/2001 US 09/982648

(73) Titular(es): FIRMENICH S.A.

(72) Inventor(es): ANANDARAMAN SUBRAMANIAM, ROBERT CLARK MCIVER, FLORIN JOSEPH VLAD, DANIEL BENCZEDI

“COMPOSIÇÃO SECADA POR BORRIFO, MÉTODO PARA A
PREPARAÇÃO DE UM PRODUTO PARTICULADO, SISTEMA DE
SUPRIMENTO GRANULAR, MÉTODO PARA AROMATIZAR UM
PRODUTO ALIMENTÍCIO OU DE BEBIDA, MÉTODO PARA
5 APERFEIÇOAR, AUMENTAR OU MODIFICAR AS PROPRIEDADES DE
FRAGRÂNCIA DE UMA COMPOSIÇÃO, PRODUTO ALIMENTÍCIO OU
DE BEBIDA, E, PRODUTO OU ARTIGO AROMATIZANTE”

CAMPO TÉCNICO

10 A presente invenção refere-se a composições em uma forma
encapsulada e a um método para a preparação das ditas composições.

Uma encapsulação é um processo pelo qual um ou mais
ingredientes ativos é/são revestido(s) com ou aprisionado(s) dentro de outro
material ou sistema. Na indústria de aromatizantes, a encapsulação de
ingredientes aromatizantes serve para reter o aroma em um produto
15 alimentício durante a armazenagem, protege o aromatizante de indesejáveis
interações com o alimento, minimiza as interações aromatizante/aromatizante,
protege contra reações induzidas pela luz ou oxidação e provê uma liberação
controlada do aromatizante.

20 Nesta indústria, os processos mais comuns para produzir
produtos encapsulados são secagem por borrfifo e, em uma extensão menor,
extrusão e coacervação.

FUNDAMENTOS DA INVENÇÃO

25 A secagem por borrfifo é uma técnica útil bem conhecida para
estabilizar os aromatizantes por sua encapsulação em uma forma sólida,
adequada para muitas aplicações.

Nos pós secados por borrfifo, um ingrediente ativo, tal
como um aromatizante ou uma fragrância, usualmente hidrofóbico, é
aprisionado como gotículas líquidas em uma matriz solidificada de um veículo

desidratado, geralmente consistindo de carboidratos, tais como amidos, amidos hidrolisados (maltodextrina), amidos quimicamente modificados, polímeros emulsificantes (goma arábica) e, em certos exemplos, monômeros e dímeros de aldexoses simples, ou qualquer combinação deles. As técnicas de
5 secagem por borribo convencional são perfeitamente bem documentadas na arte anterior. Vide, por exemplo, *Spray-Drying Handbook*, 4a. ed., K. Masters (1985) ou outros livros de consulta sobre o assunto.

O método para a preparação de um pó secado por borribo tipicamente compreende primeiro dispersar um veículo em água e, em
10 seguida, misturar esta dispersão com um aromatizante antes de homogeneizar para formar uma emulsão de óleo-em-água. A emulsão é então secada por borribo, para produzir um aromatizante em pó.

Os aromatizantes são tradicionalmente secados por borribo em matrizes de carboidrato solúveis em água. Como estas matrizes dissolvem-se
15 em água prontamente, as aplicações mais comuns dos correspondentes aromatizantes em pó são formulações de bebida secas. Entretanto, outras aplicações na indústria de aromatizantes, bem como em outros campos tais como de domínios de perfumaria ou farmacêuticos, requerem produtos secados por borribo, tendo um comportamento em um ambiente aquoso
20 diferente dos pós secados por borribo tradicionais. Em particular, os pós que são capazes de dissolverem-se em água mais lentamente do que a maioria dos produtos secados por borribo, hoje disponíveis e que podem mesmo requerer um disparador mecânico para a liberação do ingrediente ativo encapsulado na matriz, poderiam ser muito úteis para muitas aplicações.

25 Meios para melhorar a dispersão de pós secados por borribo típicos já foram descritos na arte anterior. A aglomeração constitui tal meio e encontra aplicações, por exemplo, no café instantâneo. Entretanto, este processo não satisfaz todas as aplicações.

Fomos capazes agora de estabelecer que um ingrediente

particular pode ser adicionado ao veículo constituindo a matriz de um produto secado por borribo e, em combinação com um material de carboidrato formador de parede, surpreendentemente melhora o comportamento do pó em um ambiente aquoso ou altamente úmido. Este ingrediente é agar-agar.

5 Agar-agar é um hidrocolóide, cujas propriedades físicas são bem conhecidas na arte. Mais particularmente, ele tem um uso muito difundido em alimentos como um estabilizador, espessante, umectante e acabador de superfície.

10 Alguma literatura de patente descreve que a secagem por borribo do próprio agar provê-o em uma forma sólida. Por outro lado, o agar é com frequência citado como parte da lista de materiais abrangentes, susceptíveis de constituir veículos em um sistema de encapsulação. Como exemplo, pode-se citar o WO 98/33394, que descreve a mistura de um agente de intumescimento com um hidrocolóide na forma de um pó sólido, que é
15 usado como um agente estabilizante em uma larga variedade de produtos. Entretanto, nenhum documento da arte anterior nunca salientou ou mesmo sugeriu a possibilidade de utilizar-se agar em uma composição secada por borribo para uma finalidade específica, quando usado em quantidades definidas e em combinação com um material de carboidrato.

20 Contudo, fomos agora capazes de estabelecer que, em combinação com o material veículo principal, isto é, um carboidrato, e quando usado em quantidades específicas, o agar-agar é um vantajoso material co-veículo para uma composição destinada a ser secada por borribo. Em uma maneira inesperada, esta nova composição provou ser responsável
25 por uma completa mudança no comportamento do produto, em um ambiente aquoso ou altamente úmido, e, com respeito às características de liberação do ingrediente ativo lá encapsulado, comparável com pós secados por borribo convencionais.

DESCRIÇÃO DA INVENÇÃO

Um objetivo da invenção é assim uma nova composição secada por borribo, compreendendo um ou mais ingredientes ativos dispersos em um veículo, que compreendem pelo menos um material de carboidrato formador de parede e de 1 a 30 % em peso de agar-agar, em relação ao peso seco da composição.

O que deve ser entendido aqui por "ingrediente ativo" é um ingrediente líquido, preferivelmente hidrofóbico, que se procura proteger por meio de encapsulação sólida. Ele pode incluir ingredientes de perfumaria ou aromatização, bem como outras espécies de ingredientes, tais como ativos farmacêuticos, por exemplo.

O sistema da invenção apresenta muitas vantagens. Embora um produto secado por borribo típico dissolva-se instantaneamente em água, a composição de acordo com a presente invenção comporta-se em uma maneira totalmente diferente em tal meio e torna possível prover uma liberação controlada do ingrediente ativo encapsulado.

Um segundo objetivo da presente invenção é um método para a preparação de tal composição secada por borribo e um outro objetivo é seu uso para a aromatização ou perfumação de produtos de consumidor, tais como alimentos, bebidas ou composições de perfumaria.

Finalmente, o pó secado por borribo da invenção pode também ser vantajosamente usado como um produto intermediário ou produto de partida para um método de dupla encapsulação, isto é, como um produto sólido susceptível de ser submetido a mais uma encapsulação, tal como uma extrusão em uma matriz vítrea, para prover um sistema de suprimento granular, ou em uma segunda operação de secagem por borribo, em uma matriz distinta ou similar.

Mais objetivos, aspectos e vantagens da invenção tornar-se-ão evidentes pela descrição detalhada a seguir.

A presente invenção, assim, refere-se a uma composição na

forma de um pó secado por borribo, compreendendo um ou mais ingredientes ativos dispersos em um veículo, em que dito veículo compreende pelo menos um material de carboidrato formador de parede e de 1 a 30 % de agar-agar, em relação ao peso seco da composição. Em outra versão, a proporção de agar-agar na composição pode ser limitada a 1 a 20% ou mesmo a 1 a 15 % em peso em relação ao peso seco da composição.

O produto secado por borribo da invenção resultou em ser muito útil, em particular em um ambiente aquoso, em que ele provê uma liberação do ingrediente ativo, que é muito distinto dos sistemas típicos conhecidos na arte anterior. Mais particularmente, a adição de uma certa quantidade de agar-agar na matriz veículo, em combinação com um material de carboidrato formador de parede, provou prover uma estrutura que intumesce quase instantaneamente na hidratação e forma um gel, em que a mobilidade do ingrediente ativo, na forma de gotículas de óleo, é restringida. Como consequência, mesmo quando água em excesso está presente, o gel contendo as gotículas de óleo permanece intacto. Portanto, se as partículas em pó hidratadas forem deixadas não perturbadas, isto é, não forem submetidas a constante cisalhamento em temperatura ambiente, elas podem reter sua integridade por pelo menos 2 semanas, após o que a liberação do óleo das partículas hidratadas, quando deformadas sob pressão, é observável. Assim, embora produtos secados por borribo típicos dissolvam-se instantaneamente em um ambiente aquoso, provendo uma liberação instantânea do ingrediente ativo encapsulado, o sistema da invenção provê uma liberação controlada da substância ativa. Sob outra espécie de gatilho, tal como força de cisalhamento ou calor, a substância ativa será liberada do pó seco.

O pó secado por borribo da invenção também apresenta uma estabilidade particularmente vantajosa em um meio de umidade relativa elevada. Portanto, ao contrário dos pós conhecidos até hoje, o sistema de suprimento da invenção pode ser armazenado ou ser submetido a transporte

enquanto protegendo de uma maneira eficaz o ingrediente ativo ali encapsulado.

O veículo da composição secada por borribo compreende pelo menos um material de carboidrato formador de parede e de 1 a 30% de agar-agar, que pode ser em uma forma parcialmente hidratada. Esta combinação é responsável pelo efeito técnico descrito acima.

Materiais de carboidrato formadores de parede adequados são substratos tais como acetato de polivinila, álcool polivinílico, dextrinas, amido natural ou modificado, pectinas, xantanos, alginatos ou ainda derivados de celulose, tais como, por exemplo, carboximetil celulose, metil celulose ou hidroxietilcelulose. Em uma versão particular da invenção, o material de carboidrato é selecionado do grupo consistindo de uma matodextrina, um xarope de milho, um amido quimicamente modificado, um hidrolisado de amido hidrogenado e um amido succinilado ou hidrolisado.

A composição da invenção tipicamente compreende de 70 a 99 % em peso em relação ao peso seco da composição, de material de carboidrato formador de parede. Preferivelmente, ela contém de 40 a 80% de material de carboidrato.

Em uma versão preferida, a composição matriz compreende ainda um plastificante, tal como um açúcar ou derivado de açúcar, tal como sacarose, glicose, lactose, levulose, frutose, maltose, ribose, dextrose, isomalte, sorbitol, manitol, xilitol, lactitol, maltitol, pentatol, arabinose, pentose, xilose, galactose. Tipicamente, as composições da invenção podem compreender de 0,01 a 50 % em peso, em relação ao peso do produto seco, de plastificante.

Uma matriz de agar-agar, compreendendo ainda maltodextrina em mistura com um dos açúcares mencionados acima, em particular sacarose, é particularmente apreciada.

Além dos carboidratos e plastificantes, a composição da

invenção pode compreender um emulsificador destinado a promover uma mistura homogênea do óleo na mistura baseada em carboidrato antes da secagem por borrafo. A natureza e quantidade apropriada do emulsificante pode ser criticamente estimada pelo operador do processo, sem indevida
5 experimentação. Tipicamente, proporções de 1 a 30 % em peso, em relação ao peso seco da composição, podem ser usadas.

Muitos emulsificantes adequados são conhecidos no comércio. Exemplos típicos incluem lecitina de soja, Capsul® (amido de milho modificado da National Starch), ésteres de ácido cítrico de ácidos graxos e
10 polímeros emulsificantes, tais como goma arábica, porém outros emulsificantes adequados são citados nos textos de consulta, tais como Food Emulsifiers and their Applications, 1997, editado por G. L. Hasenhuettl e R. W. Hartel, USA.

Finalmente, a composição da invenção, que é inicialmente na
15 forma de uma emulsão aquosa, contém, antes de ser secada por borrafo, de 50 a 90% de água, preferivelmente de 60 a 85% de água, em relação ao peso total da emulsão.

O ingrediente ativo disperso no veículo da composição secada por borrafo da invenção preferivelmente será um ingrediente aromatizante ou
20 de fragrância hidrofóbico ou composição de uso corrente. Entretanto, a polaridade ou solubilidade aquosa do ingrediente ativo pode ser escolhida em função do retardamento desejado da liberação para uma dada aplicação. Na realidade, mais componentes hidrofílicos serão liberados mais rápido, quando eles forem capazes de divisão na fase aquosa externa.

25 As expressões "ingrediente ou composição aromatizante ou de fragrância", como aqui usadas, supõe-se definir uma variedade de materiais aromatizantes e de fragrância, de origem tanto natural como sintética. Elas incluem compostos simples e misturas. A composição da invenção pode encapsular componentes voláteis ou instáveis em forma líquida,

preferivelmente hidrofóbicos. Exemplos específicos de tais componentes podem ser encontrados na atual literatura, p. ex., Fenaroli's Handbook of Flavor Ingredients, 1975, CRC Press; Synthetic Food Adjuncts, 1947, por M. B. Jacobs, editado por Van Nostrand; ou Perfume and Flavor Chemicals por S. Arctander 1969, Montclair, N.J. (USA). Estas substâncias são bem conhecidas da pessoa hábil na arte de perfumaria, aromatizante e/ou produtos de consumidor aromatizantes, isto é, de conceder um odor e/ou um aroma ou gosto a um produto de consumidor tradicionalmente perfumado ou aromatizado, ou de modificar o odor e/ou o gosto de dito produto de consumidor.

Extratos naturais podem também ser encapsulados dentro do sistema da invenção; estes incluem, p. ex., extratos cítricos tais como óleos de limão, laranja, lima, toronja ou tangerina, café, chá, hortelã, cacau, baunilha ou óleos essenciais de ervas e especiarias, entre outros.

As proporções do ingrediente ativo na composição consistem de entre 0,1 a 60 % em peso, em relação ao peso seco da composição. Em uma versão particular, a proporção do ingrediente ativo consiste de entre 20 e 50%.

Outro objetivo da invenção é um método para a preparação de um pó secado por borrifio, que compreende as etapas de emulsificar o ingrediente ativo com uma solução aquosa do veículo matriz, compreendendo pelo menos um material de carboidrato formador de parede e de 1 a 30% ou de 1 a 20% ou mesmo de 1 a 15% de agar-agar; homogeneizar a emulsão e secar por borrifio a última para formar um produto particulado.

Uma vantagem particular do processo de acordo com a presente invenção reside no fato de que as composições, compreendendo uma combinação de agar-agar com um carboidrato, como aqui descrita, demonstra uma retenção do ingrediente ativo (óleo) que vantajosamente não é afetado por uma variação no teor de sólidos da emulsão aquosa de partida. Mais

particularmente, em processos de secagem por borrfio clássicos, uma elevada taxa de diluição, útil para prover monodispersidade do pó, deve ser equilibrada com o fato de que, quanto mais elevada for a taxa de diluição, menor será a retenção de aromatizante. É além disso estabelecido que teor de sólidos 10% mais baixo na emulsão aquosa inicial deve resultar em perceptível diminuição da retenção de aroma após secagem por borrfio. Resultou agora no presente caso que, como mostrado nos exemplos abaixo, a retenção de aromatizante do produto da invenção não é afetada pela taxa de diluição, ou teor de sólidos na emulsão aquosa introduzida dentro do secador de borrfio. Em outras palavras, altas taxas de diluição podem ser empregadas a fim de obter-se uma boa monodispersidade do pó, sem provocar qualquer inconveniente na retenção de aromatizante, que é um resultado totalmente inesperado.

O aparelho de secagem por borrfio usado no processo da invenção pode ser qualquer um dos vários aparelhos comercialmente disponíveis. Exemplos de aparelhos de secagem por borrfio são os Anhydro Dryers (origem: Anhydro Corp. of Attleboro Falls, Mass.), o Niro Dryer (manufaturado por Niro Atomizer Ltd., Copenhagen, Dinamarca), ou um aparelho Leafflash (origem: CCM Sulzer). Preferivelmente, um secador de borrfio, com um bico pressurizado, é usado.

O processo será descrito de uma maneira mais detalhada no Exemplo 1. Entretanto, os parâmetros característicos de um processo de secagem por borrfio são bem conhecidos na arte e podem ser facilmente ajustados por uma pessoa hábil na arte.

Os particulados da invenção têm tipicamente um tamanho consistindo de entre 50 e 70 μm e uma massa específica consistindo de entre 0,4 e 0,6 g/cm^3 . Entretanto, uma pessoa hábil na arte sabe bem que a granulometria e a massa específica dos pós secos resultantes podem ser ajustadas selecionando-se a pressão do bico, até que o pó tendo a desejada

escoabilidade seja obtido.

Os pós secados por borrifio, preparados de acordo com o processo da invenção, podem ser utilizados como tal em aplicações, por exemplo, para a perfumação ou aromatização de composições, em que uma liberação é induzida por cisalhamento ou calor. Entretanto, eles podem também ser vantajosamente usados como materiais de partida a serem submetidos a mais processamento, antes de serem usados como sistemas de suprimento em uma variedade de aplicações.

Em particular, em uma versão da invenção, as partículas secadas por borrifio, obtidas pelo método aqui acima descrito, são ainda encapsuladas em uma matriz vítrea, que pode ser formada de um ou mais materiais de carboidrato ou que pode apenas compreender um plastificante e um agente emulsificante, a fim de produzir uma matriz vítrea com uma melhorada estabilidade térmica. A US 5.087.461, cujo teor é por este meio incluído por referência, descreve e exemplifica um método de encapsulação de uma composição secada por borrifio por meio de extrusão. Este processo resulta em bastões estreitos, tendo um diâmetro na faixa de 0,3 a 3 mm.

Além da extrusão, outras espécies de processamento de encapsulação, em seguida à secagem por borrifio, são possíveis. O pó obtido pode, por exemplo, ser submetido a uma segunda secagem por borrifio, assim provendo um produto secado por borrifio de dois estágios. Esta técnica em particular, bem como secagem por borrifio multiestágio em geral, são descritas por W. J. Coumans, P.J. A. M. Kerkhof e S. Bruin in *Drying Technology*, Vol. 12 (1 e 2) (1944), cujo ensinamento é por este meio incluído por referência.

Estes exemplos não são restritivos das técnicas de encapsulação que podem ser usadas para mais processamento do pó secado por borrifio, obtido de acordo com a presente invenção, notavelmente com o objetivo de aumentar o tamanho das partículas ou melhorar uma característica

particular do pó, a fim de torná-lo adequado para aplicações específicas.

Os produtos da invenção, isto é, o pó secado por borrafo como tal, bem como as composições secadas por borrafo, submetidas ainda a uma segunda espécie de encapsulação, podem ser vantajosamente usados, por exemplo, para a perfumação ou aromatização de composições alimentícias em particular.

Portanto, os sistemas de suprimento da invenção podem ser usados em aplicações tais como gomas de mascar ou doces de mascar, comida saborosa ou cozimento no campo de aromatizantes. Similarmente, o campo de perfumaria compreende muitas aplicações em que esta espécie de sistemas de encapsulação pode ser muito útil. Por exemplo, todas as espécies de desodorantes e antiperspirantes constituem aplicações adequadas para um sistema de suprimento de perfumaria, com uma liberação controlada do ingrediente de perfumaria e em que a integridade do último é desejável, até uso pelo consumidor por um certo período de tempo.

O pó da invenção pode também ser vantajosamente usado para perfumar bases de pó, tais como bases detergentes. Na realidade, como mostrado em um exemplo comparativo abaixo, o sistema de encapsulação aqui descrito apresenta uma muito boa estabilidade em relação à umidade ou umidade relativa e estes produtos podem, portanto, ser armazenados durante um longo período de tempo, antes de serem usados, sem serem submetidos a uma degradação do perfume encapsulado.

Nessas aplicações, as composições da invenção provêem uma retenção de aroma ou fragrância de até 85% após o processo de encapsulação, em um nível fixo tão elevado quanto 50% e, em uma maneira inesperada, a retenção do aroma sendo independente do teor de sólidos da emulsão aquosa introduzida dentro do secador por borrafo. Além disso, o produto hidrata-se muito lentamente em água e não se dissolve até duas semanas.

A invenção será agora descrita de uma maneira mais detalhada

nos exemplos abaixo, em que as temperaturas são indicadas em graus Celsius e as abreviações têm o significado usual na arte.

MODOS DE REALIZAR A INVENÇÃO

Exemplo 1

5 Preparação de uma composição secada por borrafo de acordo com a presente invenção

Formulação:

	<u>Ingredientes</u>	<u>Gramas</u>	<u>% seco</u>
	Maltodextrina 18DE	1729	24,70
10	Sacarose	1729	24,70
	Agar-agar	700	10,00
	Óleo de limão ¹⁾	2800	40,00
	Lecitina	42	0,60
	Água	13600	_____
15	Total		100,00

1) Origem: Firmenich Citrus Center, Florida, USA

Preparação:

Uma batelada foi preparada hidratando-se agar-agar em água (nível de sólidos aproximadamente 10%) e subsequente-
 20 com o resto dos ingredientes em uma caldeira de aço inoxidável, equipada com agitação pneumática. A temperatura da batelada foi mantida a 65 - 70°. Quando o conteúdo da caldeira estava uniforme, ele foi homogeneizado a 7000 kPa.

A alimentação preparada foi secada com um aparelho
 25 Leafflash, caracterizado pelas respectivas temperaturas de entrada/saída de 180/80°; uma pressão de alimentação de 17×10^3 Pa; e um bico de 70/216 (sistema de borrafo) (diâmetro de orifício de borrafo/bico rotor).

Amostras foram coletadas e analisadas quanto ao teor de óleo por destilação a vapor. A retenção do aroma dos particulados após o processo

foi de 85% (teor de sólidos da emulsão aquosa introduzida dentro de secador-borrifo de 33,98%).

As características de hidratação e a liberação de gotículas de óleo foram investigadas por microscopia. Assim, após 2 semanas em água, não foi observado óleo saindo do pó. Os particulados estavam intactos.

Exemplo 2

Preparação de uma composição secada por borrifo de acordo com a presente invenção

Formulação:

	<u>Ingredientes</u>	<u>Gramas</u>	<u>% seco</u>
10	Maltodextrina 18DE	1379	19,70
	Sacarose	1379	19,70
	Agar-agar	700	10,00
	Óleo de limão ¹⁾	3500	50,00
15	Lecitina	42	0,60
	Água	15200	
	Total		100,00

1) vide Exemplo 1

Preparação: O pó secado por borrifo foi preparado como descrito no Exemplo 1.

O produto final (após o processo) tinha uma retenção de aromatizante de 87,80% (teor de sólidos da emulsão aquosa introduzida dentro do secador de borrifo de 31,53%).

Não se difundiram gotículas de óleo das partículas após 2 semanas em água.

Exemplo 3

Preparação de uma composição secada por borrifo de acordo com a presente invenção

Formulação:

	<u>Ingredientes</u>	<u>Gramas</u>	<u>% seco</u>
	Maltodextrina 18DE	1554	22,20
	Sacarose	1554	22,20
	Agar-agar	1050	15,00
5	Óleo de limão ¹⁾	2800	40,00
	Lecitina	42	0,60
	Água	23200	_____
	Total		100,00

1) vide Exemplo 1

10 Preparação: O pó secado por borrifo foi preparado como descrito no Exemplo 1.

O produto final (após o processo) tinha uma retenção de aromatizante de 85,30% (teor de sólidos da emulsão aquosa introduzida dentro do secador de borrifo de 23,18%).

15 Não se difundiram gotículas de óleo das partículas após 2 semanas em água.

Exemplo 4

Preparação de uma composição secada por borrifo de acordo com a presente invenção

20 Formulação:

	<u>Ingredientes</u>	<u>Gramas</u>	<u>% seco</u>
	Maltodextrina 18DE	798	11,40
	Sacarose	1554	22,20
	Agar-agar	1050	15,00
25	Goma Arábica	798	11,40
	Óleo de limão ¹⁾	2800	40,00
	Água	18200	_____
	Total		100,00

1) vide Exemplo 1

Preparação: O pó secado por borrifo foi preparado como descrito no Exemplo 1.

5 O produto final (após o processo) tinha uma retenção de aroma de 87,00% (teor de sólidos da emulsão introduzida dentro do secador-borrifo de 27,78%).

Não foram difundidas gotículas de óleo das partículas após 2 semanas em água.

Exemplo 5

10 Preparação de uma composição secada por borrifo de acordo com a presente invenção

	<u>Ingredientes</u>	<u>Gramas</u>	<u>% seco</u>
	Maltodextrina 18DE	2079	29,70
	Sacarose	2079	29,70
15	Agar-agar	700	10,00
	Fragrância ¹⁾	2100	30,00
	Lecitina	42	0,60
	Água	13600	
	Total		100,00

20 1) origem: Firmenich SA, Geneva, Suíça

Preparação: O pó secado por borrifo foi preparado como descrito no Exemplo 1.

25 O produto final (após o processo) tinha uma retenção de aroma de 100% (teor de sólidos da emulsão introduzida dentro do secador por borrifo de 33,98%).

Não foram difundidas gotículas de óleo das partículas após 2 semanas em água.

Exemplo 6

Composição secada por borrifo da invenção, extrusada ainda em uma matriz vítrea

5 Uma composição secada por borrifo foi preparada como descrito no Exemplo 1 da seguinte formulação:

	<u>Ingredientes</u>	<u>% seco</u>
	Matodextrina 18DE	84
	Agar agar	5
	Óleo de laranja	1
10	Citrem	5
	Neobee	<u>5</u>
	Total	100

O pó obtido foi extrusado sob pressão de 2×10^5 Pa através de uma placa de matriz com furos com 0,8 mm de diâmetro, em uma temperatura de 95°.

15 Exemplo 7

Exemplo Comparativo sobre a estabilidade de uma composição secada por borrifo de acordo com a presente invenção, em uma base detergente

Duas composições secadas por borrifo, tendo as seguintes formulações, foram preparadas de acordo com o método descrito no Exemplo 1:

Formulação A:

	<u>Ingredientes</u>	<u>Gramas</u>	<u>% seco</u>
	Maltodextrina 18DE	2865	38,20
	Sacarose	2865	38,20
25	Composição de perfume ¹⁾	1500	20,00
	Agar-agar	225	3,00
	Lecitina	45	0,60
	Água	9600	
	Total		100,00

1) composição consistindo de uma mistura de acetato de benzila, acetato de feniletila, ciclame aldeído, Lilial® (origem: Givaudan-Roure, Vernier, Suíça) e salicilato de hexila; cada ingrediente estando presente na mesma percentagem em peso da composição.

5 Formulação B:

	<u>Ingredientes</u>	<u>Gramas</u>	<u>% seco</u>
	Maltodextrina 18DE	2977,5	39,70
	Sacarose	2977,5	39,70
	Composição de perfume ¹⁾	1500,0	20,00
10	Lecitina ¹⁾	45,0	20,00
	Lecitina	45,0	0,60
	Água	9600,0	
	Total		100,00

1) Vide Formulação A

15 Cada pó foi independentemente misturado com um pó detergente europeu padrão com sistema alvejante de percarbonato-TAED. Após uma armazenagem de quatro semanas a 37° e 70% de umidade relativa, as duas composições foram respectivamente separadas do detergente, dissolvidas em água e diluídas com acetonitrila e 2-heptanona. 1 G da solução
 20 assim obtida foi secada sobre 5 g de Na₂SO₄ e a fase líquida residual foi analisada por um método analítico GC-MS padrão, para determinar a quantidade residual dos vários ingredientes perfumantes. Os resultados foram comparados com aqueles obtidos com um detergente de referência, armazenado por quatro semanas a 3°, em que a composição de perfume foi
 25 diretamente borrifada. Os resultados são resumidos na Tabela 1.

Tabela 1: Percentagem de ingredientes de perfume recuperada após armazenagem por quatro semanas a 37° e 70% UR

Ingrediente Perfumante	Pó detergente borrifado	Formulação B (sem agar-agar)	Formulação A (3% de agar-agar)
Acetato de benzila	3	6	6
Fenil etil acetato	10	18	23
Ciclame aldeído	31	45	67
Lilial®	0,0	2	10
Salicilato de hexila	25	48	100

Os resultados informados na Tabela 1 demonstram a superioridade da composição secada por borrifo, compreendendo agar-agar, que, após um período de um mês de armazenagem, contém a mais elevada proporção de ingredientes perfumantes que não foram decompostos.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição secada por borrifo, caracterizada pelo fato de compreender um ou mais ingredientes ativos, selecionado(s) dentre aromatizantes e ingredientes de fragrância, dispersos em um veículo, em
5 que o dito veículo compreende pelo menos um material de carboidrato formador de parede e de 1 a 30 % em peso de agar-agar, em relação ao peso seco da composição.

2. Composição secada por borrifo de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato do veículo compreender de 1 a 20
10 % em peso de agar-agar, em relação ao peso seco da composição.

3. Composição secada por borrifo de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato do veículo compreender de 1 a 15 % em peso de agar-agar, em relação ao peso seco da composição.

4. Composição secada por borrifo de acordo com a
15 reivindicação 1, caracterizada pelo fato do material de carboidrato formador de parede ser selecionado do grupo consistindo de maltodextrina, xarope de milho, amido quimicamente modificado, hidrolisado de amido hidrogenado, e amido succinilado ou hidrolisado.

5. Composição secada por borrifo de acordo com a
20 reivindicação 4, caracterizada pelo fato da formação de parede consistir de maltodextrina.

6. Composição secada por borrifo de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de compreender 0,01 a 50% de um plastificante selecionado do grupo consistindo de um mono e um
25 dissacarídeo.

7. Composição secada por borrifo de acordo com a reivindicação 5, caracterizada pelo fato de compreender de 0,01 a 50% de um plastificante selecionado do grupo consistindo de um mono e de um dissacarídeo.

8. Composição secada por borribo de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de compreender de 1 a 30 % em peso de um emulsificante, em relação ao peso seco da composição.

9. Composição secada por borribo de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de compreender de 1 a 60% do ingrediente ativo em relação ao peso seco da composição.

10. Composição secada por borribo de acordo com reivindicação 9, caracterizada pelo fato de compreender de 20 a 50% ingrediente ativo em relação ao peso seco da composição.

11. Método para a preparação de um produto particulado, caracterizado pelo fato de compreender as etapas de:

a) formar uma emulsão aquosa de um ingrediente ativo disperso em um veículo compreendendo pelo menos um material de carboidrato formador de parede e de 1 a 30% de agar-agar;

b) homogeneizar a emulsão;

c) secar por borribo a emulsão para formar um produto particulado.

12. Método de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo fato da etapa c) ser realizada utilizando-se um aparelho de secagem por borribo equipado bico pressurizado.

13. Método de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo fato do produto particulado, formado na etapa c), ser ainda encapsulado.

14. Método de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato da encapsulação consistir em extrusar o produto particulado em uma matriz vítrea, para formar um sistema de suprimento granular.

15. Sistema de suprimento granular, caracterizado pelo fato de ser obtível por um método de acordo com a reivindicação 14.

16. Método de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato da encapsulação consistir em secar por borribo o produto

particulado, a fim de formar um pó secado por borrifo multiestágio.

17. Método para aromatizar um produto alimentício ou de bebida, caracterizado pelo fato de compreender adicionar um sistema de suprimento granular, de acordo com a reivindicação 15, ao dito produto alimentício ou de bebida.

18. Método para aperfeiçoar, aumentar ou modificar as propriedades de fragrância de uma composição, caracterizado pelo fato de uma composição secada por borrifo, de acordo com a reivindicação 1, ser adicionada à dita composição.

19. Produto alimentício ou de bebida, caracterizado pelo fato de compreender uma composição de acordo com a reivindicação 1.

20. Produto ou artigo aromatizante, caracterizado pelo fato de compreender uma composição de acordo com a reivindicação 1.

21. Artigo aromatizante de acordo com a reivindicação 20, caracterizado pelo fato de ser na forma de um detergente em pó.

RESUMO

“COMPOSIÇÃO SECADA POR BORRIFO, MÉTODO PARA A
PREPARAÇÃO DE UM PRODUTO PARTICULADO, SISTEMA DE
SUPRIMENTO GRANULAR, MÉTODO PARA AROMATIZAR UM
5 PRODUTO ALIMENTÍCIO OU DE BEBIDA, MÉTODO PARA
APERFEIÇOAR, AUMENTAR OU MODIFICAR AS PROPRIEDADES DE
FRAGRÂNCIA DE UMA COMPOSIÇÃO, PRODUTO ALIMENTÍCIO OU
DE BEBIDA, E, PRODUTO OU ARTIGO AROMATIZANTE”

Um objetivo da invenção é uma composição secada por
10 borrifo, compreendendo um ingrediente ativo disperso em um veículo
compreendendo uma combinação de um material de carboidrato formador de
parede, com de 1 a 30 % em peso de agar-agar em relação ao peso seco da
composição. A composição da invenção apresenta um vantajoso
comportamento em um ambiente aquoso ou altamente úmido, em que a
15 mobilidade do agente ativo é restringida no veículo geleificado, assim
impedindo a liberação do agente, exceto se cisalhamento ou calor forem
aplicados. Outro objetivo da invenção é um processo para a preparação da
composição secada por borrifo.