

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 02806826.2

A23G 4/06 (2006.01)

A23G 4/00 (2006.01)

A23G 4/08 (2006.01)

[45] 授权公告日 2009 年 6 月 17 日

[11] 授权公告号 CN 100500018C

[22] 申请日 2002.3.25 [21] 申请号 02806826.2

[30] 优先权

[32] 2001.3.23 [33] DK [31] PA200100493

[32] 2001.7.6 [33] US [31] 60/303,095

[86] 国际申请 PCT/DK2002/000201 2002.3.25

[87] 国际公布 WO2002/076228 英 2002.10.3

[85] 进入国家阶段日期 2003.9.19

[73] 专利权人 古木林科有限公司

地址 丹麦瓦埃勒湾

[72] 发明人 海拉·魏韬夫 洛恩·安德森

安妮特·伊萨克森 罗伯逊·斯东尼

[56] 参考文献

EP0711506A2 1995.10.13

审查员 赵学武

[74] 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司

代理人 王学强

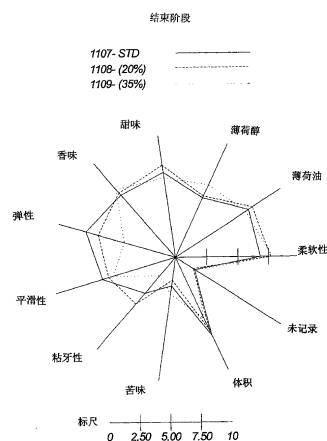
权利要求书 3 页 说明书 25 页 附图 10 页

[54] 发明名称

口香糖的可降解树脂替代物

[57] 摘要

本发明提供了一种新型的可降解的口香糖树脂替代化合物，该化合物一般应用于口香糖配方。尤其是，本发明提供了一种含有聚酯聚合物的口香糖基质和口香糖，该聚合物可以通过环酯的聚合反应来获得，其中的聚合物的玻璃转变温度 (T_g) 范围是 20 ~ 38 °C。



1. 一种含有弹性体和弹性体增塑剂的口香糖，其中所述弹性体增塑剂包含可通过环酯聚合得到的聚酯共聚物，其中所述共聚物的玻璃化转变温度 T_g 的范围是 $20^{\circ}\text{C} \sim 38^{\circ}\text{C}$ 。
2. 如权利要求 1 的含有弹性体和弹性体增塑剂的口香糖，其中所述聚酯共聚物的玻璃化转变温度 T_g 的范围是 $25^{\circ}\text{C} \sim 37^{\circ}\text{C}$ 。
3. 如权利要求 1 的含有弹性体和弹性体增塑剂的口香糖，其中所述聚酯共聚物的玻璃化转变温度 T_g 的范围是 $28^{\circ}\text{C} \sim 35^{\circ}\text{C}$ 。
4. 如权利要求 1 的含有弹性体和弹性体增塑剂的口香糖，其中所述聚酯共聚物的玻璃化转变温度 T_g 的范围是 $30^{\circ}\text{C} \sim 35^{\circ}\text{C}$ 。
5. 如权利要求 1 的含有弹性体和弹性体增塑剂的口香糖，其中所述聚酯共聚物的玻璃化转变温度 T_g 的范围是 $31^{\circ}\text{C} \sim 34^{\circ}\text{C}$ 。
6. 如权利要求 1-5 中任意一项的含有弹性体和弹性体增塑剂的口香糖，其中所述聚酯共聚物由高 T_g 的单体和低 T_g 的单体聚合而成。
7. 如权利要求 6 的含有弹性体和弹性体增塑剂的口香糖，其中所述高 T_g 单体选自 D,L-丙交酯、L-丙交酯和乙交酯，所述低 T_g 单体选自 ϵ -己内酯、 δ -戊内酯、三亚甲基碳酸酯和二氧环己酮。
8. 如权利要求 7 的含有弹性体和弹性体增塑剂的口香糖，所述口香糖含有 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯的共聚物。
9. 如权利要求 8 的含有弹性体和弹性体增塑剂的口香糖，其中 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯在所述共聚物中的共聚单体比率为 80:20~99:1 (mol:mol)。
10. 如权利要求 8 的含有弹性体和弹性体增塑剂的口香糖，其中 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯在所述共聚物中的共聚单体比率为 92:8~94:6 (mol:mol)。
11. 如权利要求 8 的含有弹性体和弹性体增塑剂的口香糖，其中 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯在所述共聚物中的共聚单体比率为 93:7 (mol:mol)。
12. 如权利要求 1 的含有弹性体和弹性体增塑剂的口香糖，其中所述

共聚物的分子量范围是 1500-9000 g/mol。

13. 如权利要求 12 的含有弹性体和弹性体增塑剂的口香糖，其中所述共聚物的分子量范围是 3000-7000 g/mol。

14. 如权利要求 13 的含有弹性体和弹性体增塑剂的口香糖，其中所述共聚物的分子量范围是约 3500 g/mol。

15. 如权利要求 13 的含有弹性体和弹性体增塑剂的口香糖，其中所述共聚物的分子量范围是约 5000 g/mol。

16. 如权利要求 1 的含有弹性体和弹性体增塑剂的口香糖，其中所述共聚物的玻璃化转变温度 T_g 的范围是 $21^{\circ}\text{C} \sim 25^{\circ}\text{C}$ 。

17. 一种含有弹性体和弹性体增塑剂的口香糖胶基，其中所述弹性体增塑剂包含可通过环酯聚合得到的生物可降解聚酯共聚物，其中所述共聚物的玻璃化转变温度 T_g 的范围是 $20^{\circ}\text{C} \sim 38^{\circ}\text{C}$ 。

18. 如权利要求 17 的口香糖胶基，其含有 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯组成的口香糖弹性体增塑剂。

19. 如权利要求 18 的口香糖胶基，其中 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯在所述共聚物中的共聚单体比率为 80:20~99:1 (mol:mol)。

20. 如权利要求 19 的口香糖胶基，其中 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯在所述共聚物中的共聚单体比率为 92:8~94:6 (mol:mol)。

21. 如权利要求 20 的口香糖胶基，其中 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯在所述共聚物中的共聚单体比率约为 93:7 (mol:mol)。

22. 如权利要求 21 的口香糖胶基，其中所述共聚物的分子量范围是 1500-9000 g/mol。

23. 如权利要求 22 的口香糖胶基，其中所述共聚物的分子量范围是 3000-7000 g/mol。

24. 如权利要求 23 的口香糖胶基，其中所述共聚物的分子量范围是约 3500 g/mol。

25. 如权利要求 23 的口香糖胶基，其中所述共聚物的分子量范围是

约 5000 g/mol。

26. 如权利要求 17 的口香糖胶基, 其中所述共聚物的玻璃化转变温度 T_g 的范围是 $21^{\circ}\text{C}\sim 25^{\circ}\text{C}$ 。

27. 如权利要求 17 的口香糖胶基, 其中所述共聚物的玻璃化转变温度 T_g 的范围是 $30^{\circ}\text{C}\sim 35^{\circ}\text{C}$ 。

28. 一种制造如权利要求 1 的口香糖的方法, 其中所述弹性体增塑剂为可生物降解的弹性体增塑剂, 所述可生物降解的弹性体增塑剂具有与至少一种适用于口香糖的常规非生物降解弹性体增塑剂相当的流变学性质。

口香糖的可降解树脂替代物

技术领域

本发明属于口香糖领域。尤其是，提供了一种新型的可降解树脂替代化合物，该化合物一般应用于口香糖配方。本发明提供了一种含有聚酯共聚物的口香糖基质和口香糖，该共聚物可以通过环酯的聚合反应来获得，其中的共聚物的玻璃转变温度（ T_g ）的范围是 $20^{\circ}\text{C} \sim 38^{\circ}\text{C}$ 。

背景技术

人们认识到，在室内和室外环境中吐掉的口香糖会导致相当的麻烦和不便，因为这些吐掉的口香糖会牢牢的粘在街道和人行路上，或者在这些场合的人们的鞋和衣服上。产生协和新麻烦和不便，是因为现在的口香糖产品使用的天然的或合成的弹性体和树脂聚合物在环境中不能降解。

所以，负责室内外环境清洁的相关部门必须付出相当的努力来去除吐掉的口香糖，但是这些努力的成本较高，而且效果不理想。

还有人尝试通过改进清洁方法来更有效的清除吐掉的口香糖残物、或者在口香糖中添加抗粘剂，来减少口香糖所带来的麻烦。但是，这些预防措施都没有显著地解决污染问题。

在过去的二十多年中，许多兴趣放在合成聚酯的不同应用上，从生物医药设备到口香糖基质。这些聚合物中有许多是可降解的，并且可以水解成它们的单体羟基酸，它们可以通过代谢途径容易地除去。可降解的（也称作可生物降解的）的聚合物被预期作传统的非-或低-降解的塑料，比如聚苯乙烯、聚异丁烯、聚甲基-甲基丙烯酸，的替代物。

这样，最近的美国专利 US 5,672,367 披露，口香糖可以用某些合成

聚合物来制备，在它们的聚合链中存在化学不稳定的键，在光的影响下会断开，或降解成水溶的无毒组分。该声称的口香糖含有至少一种可降解的聚酯聚合物，它通过环酯，比如基于丙交酯、乙交酯、环丙烷碳酸酯、 ϵ -己内酯，的聚合反应来得到。该发明还提到，用这些聚合物制成的口香糖可以在环境中降解掉。

美国专利 US 6,153,231 披露，可降解的口香糖基质含有的聚乳酸共聚物选自聚（丙交酯酸-二聚物-脂肪酸-唑啉）共聚物和聚（乳酸-二醇-尿烷）共聚物。

一般的，口香糖组分典型的含有水溶性主组分、水不溶性口香糖基质组分、和水不溶性芳香剂。

水不溶性口香糖基质一般含有弹性体、树脂化合物、脂肪和油、蜡、乳化剂、软化剂和无机填充剂。该树脂化合物有利于制备需要的咀嚼属性和作为口香糖基质组分的弹性体的增塑剂。

常见的口香糖基质中的树脂一般包括合成树脂比如聚乙烯醋酸酯（PVAc），和天然树脂比如天然松脂酯，它也常称作酯口香糖。而且，天然树脂比如特别还原松脂的丙三醇酯、聚合松脂的丙三醇酯、特别二聚松脂的丙三醇酯、标记油松脂的丙三醇酯、部分还原松脂的丙三醇酯、季戊四醇酯、松脂的甲酯、部分还原的松脂甲酯、松脂的季戊四醇酯。其他的有用树脂化合物包括合成树脂比如从 α -松萜、 β -松萜衍生的萜树脂，和/或 d-柠檬烯，天然松萜树脂；

合成树脂聚乙烯醋酸酯（PVAc）在环境中基本不能降解，因而该树脂聚合物在口香糖基质中的应用对口香糖的不可降解性产生很大的影响。向口香糖基质中添加的 PVAc 的量依赖于分子量范围，从而提供口香糖基质的强度或弹性。口香糖基质组合物中的 PVAc 总量通常占口香糖基质组合物总重的 5~95wt%。典型的口香糖基质组合物中的 PVAc 量是 10~30wt%，因而占整个口香糖基质组合物的主要部分。由于这种合成树脂在环境中基本不可降解，口香糖基质组合物中的该成分显著增加了

采用这种口香糖基质的口香糖的不可降解性。

现在已经发现，在口香糖基质组合物中可以把聚乙烯醋酸酯 (PVAc) 全部替换为可降解的聚合物，该聚合物可以通过环酯的聚合反应来获得，其中的共聚物的玻璃转变温度 (T_g) 的范围是 $20^{\circ}\text{C} \sim 38^{\circ}\text{C}$ ，而不会降低口香糖基质的流变学性质。这样，本发明的发明人发现，通过用 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯组成的可降解共聚物来替换 PVAc，可以制备基于这种树脂的口香糖基质和口香糖，它们具有与常规的使用 PVAc 制备的口香糖基质相同或相似的流变学性质，比如塑性（损耗模量）和弹性（储能模量）。

美国专利 US 5,672,367 一般地描述了环酯聚合制备的聚酯聚合物。清楚的披露了一种由 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯组成的共聚物，其玻璃转变温度 (T_g) 是 15°C （实施例 1），以及一种由 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯组成的共聚物，其玻璃转变温度 (T_g) 是 -10°C （实施例 2）。

而且，本发明的发明人还发现，可以将天然树脂组分比如天然松萜酯替换为由 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯组成的可降解共聚物。已经知道天然树脂在环境中基本不可降解。由于它们一般占口香糖基质组合物总重的 10~50%，口香糖基质中该组分替换为可降解组分可以显著提供口香糖基质的可降解性。

发明内容

本发明的一个方面涉及口香糖基质，它含有通过环酯聚合得到的聚酯共聚物，而聚酯共聚物的玻璃转变温度 (T_g) 的范围是 $20^{\circ}\text{C} \sim 38^{\circ}\text{C}$ 。

本发明的另一个方面涉及口香糖，它含有通过环酯聚合得到的聚酯共聚物，而聚酯共聚物的玻璃转变温度 (T_g) 的范围是 $20^{\circ}\text{C} \sim 38^{\circ}\text{C}$ 。

根据本发明的一个实施例，口香糖或口香糖基质可以含有部分替代的功能基团，这里的树脂和替代功能基团是可生物降解的。

根据本发明的一个实施例，常规的不可生物降解的功能基团可以替

代为其他的流变学匹配生物降解聚合物。

不仅限于理论,可以相信有适当的策略来创造树脂替代物并使之与要替代的树脂的玻璃转变温度(T_g)相匹配。

替代优选的树脂是低分子量的 PVA, 其玻璃转变温度(T_g)是约 33 °C。

因此, 优选的聚酯共聚物的玻璃转变温度(T_g)范围是 25~37°C, 更优选的聚酯共聚物的玻璃转变温度(T_g)范围是 28~35°C, 再优选的聚酯共聚物的玻璃转变温度(T_g)范围是 30~35°C, 最优选的聚酯共聚物的玻璃转变温度(T_g)范围是 31~34°C。

优选的共聚物由高 T_g 的单体和低 T_g 的单体组成。一个中间的温度 T_g 可以通过两种单体的合适摩尔比来达到。理论上可以使用一种或多种高 T_g 的单体和一种或多种低 T_g 的单体的任意组合。

优选使用的高 T_g 单体是选自由 D,L-丙交酯、L-丙交酯、乙交酯组成的集合的单体, 低 T_g 单体是选自由 ϵ -己内酯、 δ -戊内酯、三亚甲基碳酸酯(TMC)和二氧化环己酮(dioxanone)的组成的集合的单体。

优选的组合是:

D,L-丙交酯/ ϵ -己内酯

D,L-丙交酯/TMC

D,L-丙交酯/ δ -戊内酯

D,L-丙交酯/二氧化环己酮

D,L-丙交酯与任意两种低 T_g 单体的组合

D,L-丙交酯与任意三种低 T_g 单体的组合

D,L-丙交酯与所有四种低 T_g 单体的组合

L-丙交酯/ ϵ -己内酯

L-丙交酯/TMC

L-丙交酯/ δ -戊内酯

L-丙交酯/二氧化环己酮

L-丙交酯与任意两种低 Tg 单体的组合
L-丙交酯与任意三种低 Tg 单体的组合
L-丙交酯与所有四种低 Tg 单体的组合

D,L-丙交酯/乙交酯/ ϵ -己内酯
D,L-丙交酯/乙交酯/TMC
D,L-丙交酯/乙交酯/ δ -戊内酯
D,L-丙交酯/乙交酯/二氧环己酮
D,L-丙交酯/乙交酯与任意两种低 Tg 单体的组合
D,L-丙交酯/乙交酯与任意三种低 Tg 单体的组合
D,L-丙交酯/乙交酯与所有四种低 Tg 单体的组合

L-丙交酯/乙交酯/ ϵ -己内酯
L-丙交酯/乙交酯/TMC
L-丙交酯/乙交酯/ δ -戊内酯
L-丙交酯/乙交酯/二氧环己酮
L-丙交酯/乙交酯与任意两种低 Tg 单体的组合
L-丙交酯/乙交酯与任意三种低 Tg 单体的组合
L-丙交酯/乙交酯与所有四种低 Tg 单体的组合

乙交酯/ ϵ -己内酯
乙交酯/TMC
乙交酯/ δ -戊内酯
乙交酯/二氧环己酮
乙交酯与任意两种低 Tg 单体的组合
乙交酯与任意三种低 Tg 单体的组合
乙交酯与所有四种低 Tg 单体的组合

D,L-丙交酯/L-丙交酯/ ϵ -己内酯

D,L-丙交酯/L-丙交酯/TMC

D,L-丙交酯/L-丙交酯/ δ -戊内酯

D,L-丙交酯/L-丙交酯/二氧环己酮

D,L-丙交酯/L-丙交酯与任意两种低 T_g 单体的组合

D,L-丙交酯/L-丙交酯与任意三种低 T_g 单体的组合

D,L-丙交酯/L-丙交酯与所有四种低 T_g 单体的组合

D,L-丙交酯/L-丙交酯/乙交酯/ ϵ -己内酯

D,L-丙交酯/L-丙交酯/乙交酯/TMC

D,L-丙交酯/L-丙交酯/乙交酯/ δ -戊内酯

D,L-丙交酯/L-丙交酯/乙交酯/二氧环己酮

D,L-丙交酯/L-丙交酯/乙交酯与任意两种低 T_g 单体的组合

D,L-丙交酯/L-丙交酯/乙交酯与任意三种低 T_g 单体的组合

D,L-丙交酯/L-丙交酯/乙交酯与所有四种低 T_g 单体的组合

下面的一个优选实施例涉及一种含有由 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯组成的可降解的共聚物的口香糖基质，以及一种含有由 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯组成的共聚物的口香糖。下述的不同口香糖基质实施例还涉及上述的口香糖基质。

本发明的一个主要目的是提供口香糖基质，它能使口香糖经过咀嚼以后被吐掉在环境中更容易降解，相对于含有传统的不可降解聚合物的口香糖而言，该产品可以更容易的用机械和/或清洁剂方法去除。

因此，这里提供的口香糖基质当应用于口香糖中时，可以使其更容易被物理的、化学的和/或生物的降解，借此吐掉的口香糖废物可以更容易的去除，或者可以最终分解成不能辨认出是口香糖残物的块状物或微粒。这里提供的口香糖基质的降解或分解可以由下列因素作用或诱导：温度、光、水分等物理因素，通过改变 pH 引起的水解作用或能够降解共聚物的合适的酶作用等化学因素。

因此，本发明的的一个目的是提供一种含有由 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯组成的可降解共聚物的口香糖基质。如上所述，已经发现可以通过应用这种共聚物来完全替代合成的基本不可降解的口香糖树脂聚乙烯醋酸酯 PVAc，它经常用于口香糖组合物。如下面的实施例所述，该替换不会削弱口香糖基质和用其制备的口香糖的流变学属性。这样，可以得到与用 PVAc 制备的常规口香糖基质相近的流变学属性(比如塑性(损耗模量)和弹性(储能模量))。塑性和弹性是最终的口香糖品质的基本参数。

而且，再一个有用的实施例中，由 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯组成的可降解共聚物可以替代口香糖基质中的天然树脂组分，比如公知的在环境中基本不可降解的天然松香酯。由于天然树脂来自天然物质，比如天然松香酯来自松树的树脂油，天然树脂的组分和质量可能不稳定。这会在口香糖基质的制备过程中产生某些问题，而每批产品的组成的均一性又是最重要的。因此，本发明提供了一种解决上述天然树脂组成和不同质量方面的问题的方案。

另外，本发明的发明人发现，由 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯组成的可降解共聚物用作 PVAc 和/或天然树脂替代物得到的口香糖基质以及由此制备的口香糖具有比常规方法制备的不含有由 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯共聚物的标准口香糖基质更低的粘度。因此，本发明的进一步目的是提供一种比由不含有 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯共聚物的标准口香糖基质制备的口香糖粘度更低的口香糖。

可以通过本领域公知的多种合适聚合方法来制备 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯共聚物，比如通过使用合适催化剂的开环聚合(ROP)。因此，在一个实施例中，辛酸锡(SO)可以方便的用作催化剂，而低分子量的醇(比如丙二醇)用作启动剂，以聚合 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯的混合物，从而得到 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯共聚物。

在一个有用的实施例中，可以使用特定摩尔百分比的 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯单体来合成该 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯共聚物。这样，在本发明的一个实施例中，D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯共聚物中的 D,L-丙交酯和 ϵ -

己内酯摩尔比范围是 80:20~99:1(mol:mol), 包括 92:8~94:6(mol:mol)的范围。在一个特定的实施例中, D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯共聚物中的 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯摩尔比范围是 93:7(mol:mol)。D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯共聚物中的各单体的摩尔百分比可以通过 ^{13}C NMR 分析的方法来确定。

在进一步的实施例中, 口香糖基质中的 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯共聚物的分子量范围是 1500-9000 g/mol, 包括 2000-8000 g/mol 的范围, 包括 3000-7000 g/mol 的范围, 比如 3500-6000 g/mol。

如下面的实施例将要说明的那样, 本发明的一个方面, 一种有用的口香糖基质可以含有 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯的摩尔比约为 91:9、分子量约为 3500 g/mol 的 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯共聚物。本发明的另一个方面, 本发明的口香糖基质可以含有 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯的摩尔比约为 93:7、分子量约为 5000g/mol 的 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯共聚物。

因此, 可以预测本发明的 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯聚合物的分子量和共聚物中 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯的摩尔比可以通过应用不同的聚合条件进行个别调节, 以得到需要的口香糖基质的流变学特性, 该聚合物应用于此。这样, 可以预测较大范围内的不同分子量和 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯的摩尔比都是可以方便的使用的。

在口香糖组合物中应用的口香糖基质的一个重要流变学特征是玻璃转变温度 (T_g)。如这里所用, 玻璃转变温度是储能模量 G' (弹性) 与损耗模量 G'' (塑性) 之比为 1 时的温度。聚合物的储能模量 G' 与损耗模量 G'' 一般可以通过流变仪来测定, 比如 AT 设备的 AR 1000。

在一个优选实施例中, 本发明的口香糖基质含有的 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯聚合物的玻璃转变温度 (T_g) 范围是 20~30°C 的范围。在一个有用的实施例中, 如下所述, 分子量约为 3500 g/mol、 T_g 范围是 21~25°C 的 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯共聚物的流变学性质与不含有可降解共聚物的口香糖基质相似。这样, 就发现通过用这种可降解 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯聚合物来替代口香糖基质中的 PVAc, 可以得到的流变学性质与不含有 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯聚合物的口香糖基质相似。

在一个进一步的实施例中，分子量约为 5000 g/mol、Tg 范围是 30～35℃ 的含有 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯共聚物的口香糖基质用于替代标准口香糖基质中的 PVAc 组分和天然树脂组分。

如上所述，本发明还提供了一种含有 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯共聚物的口香糖。因此，提供了根据本发明上面披露的口香糖基质制备的口香糖。

如这里所述，术语“口香糖基质”一般是指口香糖中的水不溶性部分，它一般占口香糖总重的 10～99%，包括 25～60wt%。口香糖基质配方中一般含有一种或多种合成的或天然的弹性化合物、一种或多种合成的或天然的树脂化合物、填充剂、软化化合物和少量的混杂成分，比如抗氧化剂、着色剂等。

这样，本发明的范围除了可降解的 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯共聚物以外，还包括口香糖基质部分含有一部分不可降解的合成的或天然的聚合弹性体和/或树脂。该部分不可降解的聚合物可以占重量的 1～99%，包括 5～90wt% 的范围，比如 10～50wt%。

在本文中，有用的合成弹性体包括，但不限于，在 Food and Drug Administration(CFR, Title 21, Section 172,615, the Masticatory Substances, Synthetic) 中列明的合成弹性体，比如聚异丁烯，其气相色谱 (GPC) 的平均分子量范围是约 10000～约 1000000，包括 50000～80000 的范围，异丁烯-异戊二烯共聚物 (丁基弹性体)，苯乙烯-丁二烯共聚物，比如苯乙烯和丁二烯的比例在约 1:3 至约 3:1，聚异戊二烯，聚乙烯，聚乙烯醋酸酯，乙烯醋酸-乙烯月桂酸共聚物，比如乙烯月桂酸含量占共聚物重量的约 5～50wt%，比如 10～45wt%，以及它们的组合。

在口香糖基质的工业应用中，经常将具有高分子量的合成弹性体和低分子量的弹性体组合使用。现在的合成弹性体的优选组合包括，但不限于，聚异丁烯和苯乙烯-丁二烯，聚异丁烯和聚异戊二烯，聚异丁烯和异丁烯-异戊二烯共聚物 (丁基橡胶)，聚异丁烯、苯乙烯-丁二烯共聚物和异丁烯-异戊二烯共聚物的组合，以及上述所以合成聚合物与聚乙烯醋酸

酯、乙烯醋酸-乙烯月桂酸共聚物分别混合或者一起混合的混合物。

有用的天然不可降解弹性体包括在 Food and Drug Administration(CFR, Title 21, Section 172,615) 中 Masticatory Substances of Natural Vegetable Origin 的合成弹性体, 包括天然橡胶化合物, 比如发烟或液态的乳胶和银菊胶, 和其他天然糖胶, 比如节路顿胶 (jelutong)、力赤卡斯皮派利落胶 (lechi caspi perillo)、马撒蓝度巴巴拉塔胶 (massaranduba balata)、马撒蓝度巴巧克力 (massaranduba chocolate)、尼斯派罗胶 (nispero)、罗斯地哈胶 (rosidinha)、赤考胶 (chicle)、古塔破查胶 (gutta percha)、古塔卡太胶 (gutta kataiu)、尼日尔古塔胶 (niger gutta)、塔纳胶 (tunu)、赤尔特胶 (chilte)、赤奎巴胶 (chiquibul)、古塔行亢胶 (gutta hang kang), 以及它们的组合。优选的天然弹性体和合成弹性体浓度根据使用的口香糖基质是否是粘的或常规的、泡泡糖或普通口香糖而异, 如下面所述。现在优选的天然弹性体包括节路顿胶、赤考胶(chicle)、马撒蓝度巴巴拉塔胶(massaranduba balata)、和扫瓦胶(sorva)。

但是, 也可以预测在有用的实施例中, 本发明的含有 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯共聚物的口香糖基质可以进一步有益的含有弹性的或树脂的环保的或可生物降解的聚合物。

在本文中, 术语“环保的或可生物降解的聚合物”是指这样的口香糖基质组分, 在吐掉口香糖以后, 它能够进行物理的、化学的和/或生物的降解, 从而使吐掉的口香糖废物可以容易的除掉, 或者最终分解成不能辨认出是口香糖残物的块状物或微粒。这里提供的口香糖基质的降解或分解可以由下列因素作用或诱导: 温度、光、水分等物理因素, 通过改变 pH 引起的水解作用或能够降解共聚物的合适的酶作用等化学因素。在其他的有用实施例中, 口香糖基质中的所有聚合物组分都是环保的或可生物降解的聚合物。

因此, 适合用于本发明的口香糖基质的环保的或可生物降解的口香糖基质聚合物的例子包括可降解聚酯、聚碳酸酯、聚酯酰胺、多肽、氨基酸的均聚合物比如多熔素 (polylysine)、蛋白及其衍生物比如蛋白水解

产物包括玉米蛋白的水解产物。尤其是这种类型的有用化合物包括一种或多种环酯比如丙交酯、乙交酯、三甲烯碳酸酯、 δ -戊内酯、 β -丙内酯、 ϵ -己内酯的聚合反应来得到。这种可降解聚合物可以是均聚合物或共聚合物，包括接枝聚合物（graft polymer）和成块聚合物（block polymer）。

根据本发明，有用的口香糖基质组分可以包括一种或多种能够制备需要的咀嚼属性和作为口香糖基质组分的弹性体的增塑剂的树脂化合物。在本文中，有用的弹性体的增塑剂包括合成树脂比如具有 GPC 平均分子量范围 2000~9000（例如 3000~80000）的聚乙烯醋酸酯（PVAc），和天然树脂比如天然松脂酯，常用的酯树脂包括部分还原松脂的丙三醇酯、聚合松脂的丙三醇酯、部分二聚松脂的丙三醇酯、标记油松脂的丙三醇酯、部分还原松脂的丙三醇酯、季戊四醇酯、松脂的甲酯、部分还原的松脂甲酯、松脂的季戊四醇酯。其他的有用树脂化合物包括合成树脂比如从 α -松萜、 β -松萜衍生的萜树脂，和/或 d-柠檬烯，天然松萜树脂；以及其他任何前述的合适组合。优选的弹性体增塑剂可以根据特定的应用和使用的弹性体类型而改变。

如果需要的话，口香糖基质配方可以包括一种或多种填充剂/组织形成剂，例如包括碳酸镁和碳酸钙、硫酸钠、石灰石、硅酸盐化合物比如硅酸镁、硅酸钙、高岭土和陶土、氧化铝、氧化铝、滑石、氧化钛、磷酸钙、磷酸二钙、磷酸三钙、纤维素聚合物、比如木材，以及其组合。

填充剂/组织形成剂还可以包括天然的有机纤维比如水果植物纤维、玉米、稻米、纤维素和它们的组合。

根据本发明，口香糖基质可以含有一种或多种软化剂，比如糖聚酯，包括 WO 00/25598 所披露的内容，它们在这里引作参考，牛脂、还原的牛脂、还原的或部分还原的植物油、可可油、甘油硬脂酸酯、甘油三醋酸酯、卵磷脂、甘油酯、甘油二酯、甘油三酯、乙酰甘油酯、脂肪酸（硬脂酸、棕榈酸、油酸、亚油酸）、以及它们的组合。这里使用的术语“软化剂”是指这样一种成分，它能够软化口香糖基质或口香糖，并包含腊、

脂肪、油、乳化剂、表面活性剂和增溶剂。

为了进一步软化口香糖基质并赋予其结合水的属性,这可以使口香糖基质具有平滑的表面并降低其粘着性能,通常向组合物中添加一种或者多种乳化剂,典型的量是占口香糖基质重量的 0~18wt%,优选的是 0~12wt%。经常使用的向口香糖基质中添加的乳化剂的例子如下:可食用脂肪酸的甘油酯和甘油二酯,乳酸酯,可食用脂肪酸的甘油酯、甘油二酯、甘油三醋酸酯,乙酰化的甘油和二甘油,可食用脂肪酸的糖聚酯或糖酯,Na、K、Mg、Ca 的硬脂酸盐、卵磷脂、还原的卵磷脂、以及类似物。当存在下述的生物的或药学的活性成分时,该配方还可以含有某些特定的乳化剂和/或增溶剂,以分散和释放该活性成分。

在制备口香糖基质时,经常用蜡来调节浓度和软化口香糖基质。根据本发明,可以使用任何常规的和合适类型的蜡,比如米糠蜡、聚乙烯蜡、石油蜡(精制石蜡、微晶蜡)、石蜡、蜂蜡、巴西棕榈蜡、大戟蜡、可可油、去脂的可可粉、以及任何合适的油或脂肪,比如完全或部分还原的植物油或完全或部分还原的动物脂肪。在一个实施例中,口香糖基质是无蜡的。

而且,本发明的口香糖基质可以含有染色剂和增白剂,比如 FD&C-类的染料和色淀、水果和蔬菜提取物、二氧化钛以及它们的组合物。更有用的口香糖基质组分包括抗氧化剂,比如丁基羟基甲苯(BHT)、丁基羟基苯甲醚(BHA)、六氢脱氧麻黄碱和生育酚,和防腐剂。

与下面所定义的口香糖添加剂一起混合的口香糖基质配方组分可以根据要制备的特定产品和最终产品所需要的咀嚼等感官特征而改变。但是,上述口香糖基质组分的一般范围(wt%)是:5~50wt%的弹性体化合物、5~55wt%的弹性体增塑剂、0~50wt%的填充剂/组织形成剂、5~35wt%的软化剂、0~1wt%的混杂成分,比如抗氧化剂、着色剂等。

除了上述的水不溶性口香糖基质组分以外,口香糖主配方一般还含有一定范围的水溶性口香糖添加剂部分。在本文中,术语“口香糖添加剂”是指在常规的口香糖生产工艺中添加到口香糖基质中的任何组分。这种

常规的添加剂主要是水溶性的，但是水不溶性的组分，比如水不溶性的香料，也包括在内。

在本文中，口香糖添加剂包括主要的甜味剂、高强度甜味剂、芳香剂、软化剂、乳化剂、颜料、粘合剂、酸化剂、填充剂、抗氧化剂以及其他组分，比如药学的或生物学的活性物质，以赋予最终的口香糖产品以需要的性能。

合适的主要甜味剂包括糖和非糖甜味剂。主要甜味剂一般占口香糖重量的约 5~95wt%，更一般的是占口香糖重量的约 20~80wt%，比如 30~60wt%。

有用的糖甜味剂是含糖的组分，一般在口香糖领域公知的包括，但不限于，蔗糖、葡萄糖、麦芽糖、糊精、海藻糖、D-塔格糖、干转糖（dried invert sugar）、果糖、半乳糖、玉米糖浆固体、它们的类似物，它们单独使用或者组合使用。

山梨醇用作非糖甜味剂。其他的有用非糖甜味剂包括，但不限于，其他的糖醇，比如甘露醇、木糖醇、还原的淀粉水解物、麦芽糖醇、异麦芽酚、赤藻糖醇、它们的类似物，它们单独使用或者组合使用。

高强度的人造甜味剂可以单独使用，也可以与上述的甜味剂组合使用。优选的高强度包括，但不限于，蔗糖素（sucralose）、阿斯巴甜、乙酰磺胺酸盐、阿力甜、糖精及其盐、环己烷基氨基磺酸（cyclamic acid）及其盐、甘草甜味剂、二氢查耳酮、甜味蛋白（thaumatin）、莫内林、甜菊甙（Sterioside）、它们的类似物，它们单独使用或者组合使用。为了提供持续的甜味和香味感觉，可以用包封或者其他的缓释技术来控制人造甜味剂的至少一部分。湿粒、腊粒、喷雾干燥、喷雾冷却、流化床包衣、coascervation、包封到酵母细胞、纤维挤出等技术都可以用于达到需要的缓释效果。也可以用其他口香糖组分比如树脂化合物来提供甜味剂的包封。

人造甜味剂的用量可以有很大的变化，这依赖于甜味剂的强度、释放速度、需要的产品甜度、使用的香料的量和类型、成本等因素。这样，

人造甜味剂的活性水平可以在 0.02~8wt%之间变化。当用于包封的载体也包括在内时，包封的甜味剂的用量可以相应提高。在本发明的口香糖配方工艺中可以组合使用糖和/或非糖甜味剂。另外，软化剂也可以提供附加的甜味，比如糖水或醛醇溶液。

如果需要低卡路里的口香糖，可以使用低卡路里的主试剂。低卡路里的主试剂例子包括聚葡萄糖、拉夫提露糖(Raftilose)、拉夫提林(Raftilin)、果糖低聚糖(NutraFlora[®])、帕拉金糖低聚糖；瓜儿胶水解产物(比如 Sun Fiber[®])、或不吸收的糊精(Fibersol[®])。但是，也可以使用其他的低卡路里主试剂。

可以包括在本发明的口香糖中的进一步的口香糖添加剂包括表面活性剂和/或增溶剂，特别是存在药学的或生物学的活性物质时。在本发明的口香糖组合中用作增溶剂的表面活性剂类型的例子，可以参考 H.P. Fiedler, Lexikon der Hilfstoffe für Pharmacie, Kosmetik und Angrenzende Gebiete, page 63-64(1981)，以及各国允许使用的食品乳化剂清单。阴离子的、阳离子的、两性的或非离子性的增溶剂都可以使用。合适的增溶剂包括卵磷脂、聚氧乙烯硬脂酸酯、聚氧乙烯山梨聚糖脂肪酸酯、脂肪酸盐、可食用脂肪酸的单或二甘油单或二乙酰酒石酸酯、可食用脂肪酸的单或二甘油柠檬酸酯、脂肪酸蔗糖酯、脂肪酸聚甘油酯、酯交换蓖麻油酸聚甘油酯(E476)、硬脂酸钠(sodium stearoyllatylate)、十二烷基硫酸钠、脂肪酸和聚氧乙烯化还原蓖麻油酸的山梨醇酯(比如商品名为 CREMOPHOR 的产品)、乙烯氧化物和聚乙烯氧化物的成块共聚物(比如商品名为 PLURONIC 和 POLOXAMER 的产品)、聚氧乙烯脂肪醇酯、聚氧乙烯山梨醇脂肪酯、脂肪酸山梨醇酯和聚氧乙烯硬脂酸酯。

特别合适的增溶剂是聚氧乙烯硬脂酸盐，比如聚氧乙烯-8-硬脂酸盐和聚氧乙烯-40-硬脂酸盐，商品名为 TWEEN 的聚氧乙烯山梨醇脂肪酯，比如 TWEEN 20(月桂酸酯)、TWEEN 80(油酸盐)、TWEEN 40(棕榈酸盐)、TWEEN 60(硬脂酸盐)、TWEEN 65(三硬脂酸盐)，可食用脂肪酸的单和二甘油的单和二乙酰酒石酸酯，硬脂酸钠，十二烷基硫酸

钠，聚氧乙烯化还原蓖麻油酸的山梨醇酯，乙烯氧化物的成块共聚物，聚氧乙烯脂肪醇酯。增溶剂可以是一种化合物或者几种化合物的组合。在存在活性成分时，口香糖可以优选的含有本领域公知的载体。

本发明的口香糖可以含有芳香剂和天然的或合成的香料，比如天然的植物成分、精制油、香精、提取物、粉末，包括酸和其他能够影响口味的物质。液态和粉末的香料例子包括可可壳、咖啡、巧克力、香草、葡萄果、橙子、酸橙、薄荷醇、甘草、饴糖香料、蜂蜜香料、花生、胡桃、腰果、榛子、杏仁、菠萝、草莓、悬钩子果实、热带水果、樱桃、肉桂、薄荷油、鹿蹄草、荷兰薄荷、桉树，以及薄荷、果精，比如苹果、梨、桃、草莓、杏、悬钩子、樱桃、菠萝、李子香精。精制油包括薄荷油、荷兰薄荷、薄荷醇、桉树、丁香油、月桂油、茴香醛、百里香、雪松叶子油、肉豆蔻，以及上述果子的油。

口香糖香料可以是冻干的天然芳香剂，优选的是粉末状、薄片、块状、或它们的组合。颗粒尺寸可以是小于 3mm，比如小于 2mm，更优选的是小于 1mm，以颗粒最长的维度计算。天然芳香剂的颗粒尺寸可以是 $3\mu\text{m}\sim 2\text{mm}$ ，比如 $4\mu\text{m}\sim 1\text{mm}$ 。优选的天然芳香剂包括果籽，比如来自草莓、黑莓、悬钩子的。

本发明的口香糖主部分也可以使用不同的合成香料，比如混合水果香料。如上所述，芳香剂的用量可以小于常规用量。根据需要的芳香和/香味的强度，芳香剂和/或香料的用量可以是最终产品重量的 0.01~30wt%。优选的，芳香剂和/或香料的含量是总组分重量的 0.2~3wt%。

在一个实施例中，口香糖组分含有药学的或生物学的活性物质。这种活性物质的例子，WO 00/25598 披露的能够充分理解的清单，在这里引作参考，包括药物、饮食补充、抗菌剂、pH 调节剂、抗烟剂、以及用于口腔和牙齿处理的物质，比如过氧化氢，以及在咀嚼时能够释放脲的化合物。在口腔中调节 pH 的活性物质包括：酸，比如脂肪酸、琥珀酸、富马酸、及其盐，或柠檬酸、酒石酸、苹果酸、乙酸、乳酸、磷酸、戊二酸的盐，以及可以接受的碱，比如碳酸盐、羟基碳酸盐、磷酸盐、硫酸

盐或钠、钾、铵、镁、钙的氧化物，特别是镁和钙的氧化物。

本发明的包衣的口香糖中心可以是使用常规包衣工艺包衣该口香糖中心的任意的形状、结构或构造。因此，口香糖中心可以是选自小球、垫子状的小球、棒、片、厚块、锭状、弹丸、球的形状。

附图说明

图 1 对比了合成的树脂替代物与 PVAc 的粘度对剪切速率。

图 2 显示了标准口香糖基质 (101)、使用合成的树脂替代物 1 (102) 和树脂替代物 2 (103) 制备的口香糖基质的频率与储能模量和损耗模量的关系。

图 3 显示了含有合成的可降解树脂替代物 1 (102) 和树脂替代物 2 (103) 的标准和样品的口香糖性质。

图 4 和图 5 显示了标准口香糖基质 (107) 和用树脂替代物 1 (108) 和树脂替代物 2 (109) 替代 PVAc 和天然树脂制备的口香糖基质的流变学测量结果，使用的是粘度对剪切速率 (图 4)、综合弹性 (G^*) 和 $\tan(\delta)$ 对频率 (图 5)。

图 6 显示了标准 (107) 和含有树脂替代物 2 的初始阶段量为 20% (108) 和 35% (109) 的样品性质。

图 7 显示了标准 (107) 和含有树脂替代物 2 的初始阶段量为 20% (108) 和 35% (109) 的样品的感官分析。

图 8 显示了标准 (107) 和含有树脂替代物 2 的中间阶段量为 20% (108) 和 35% (109) 的样品的感官分析。

图 9 显示了标准 (107) 和含有树脂替代物 2 的结束阶段量为 20% (108) 和 35% (109) 的样品的感官分析。

图 10 显示了以 Mn 与时间的函数关系来表征的树脂替代物的降解。

具体实施方式

下面进一步详细描述本发明。

实施例 1 聚乙烯乙酸的分子量 (Mn) 和玻璃转变温度

进行了 GPC 和 DSC 测量以评价经常用作口香糖基质组分的聚乙烯乙酸树脂 (PVAc) 的平均数目分子量 (Mn) 和玻璃转变温度 (T_g)。该 PVAc 的平均数目分子量 (Mn) 是 5130 g/mol, 玻璃转变温度 (T_g) 是 33°C。

实施例 2 典型化合物

为了识别产生与 PVAc 的特征相似的可降解材料的合适共聚物比率, 以两个目标分子量, 3000 g/mol 和 5000 g/mol, 调整单体的进料比率来进行了一系列反应。下面是一个有代表性的典型聚合方法例子。

所有的容器和搅拌棒在使用以前都在 200°C 过夜干燥。典型化合物的合成是在干净的带有 24/40 接头的 40ml 试管中进行的。合适量的 ϵ -己内酯 (CAP) 和 D,L-丙交酯 (DLL) 单体以及辛酸锡 (SO) 催化剂 (1.4×10^{-4} mol SO/mol 单体) 加入到配有聚四氟乙烯的小搅拌棒的反应罐中。

上述典型化合物合成的 DSC 结果如表 1 所示。该结果材料的 T_g 随着进料中 CAP 浓度的升高而降低。表 1 显示了每一种共聚物比率的 T_g。所有的 T_g 数据都是在以 10°C/min 的加热速度的 DSC 实验结束时的第二加热阶段测试的。

表 1

样品	进料中 CAP 的 mol%	T _g (°C)
A	2	29
B	10	23
C	15	19
D	20	11
E	5	38
F	10	30

G	12	26
H	15	22
PVAc	na	33

实施例 3 大批量的口香糖基质分析

用进料比均为 10%CAP 的单体合成了目的分子量分别是 3000 g/mol 和 5000 g/mol 的两批共聚物。如前所述,所有的容器和搅拌棒在使用以前都在 200℃过夜干燥。两批大规模反应都是在 11 个三脖反应罐中进行。适量的 CAP 和 DLL 单体按照表 2 所示以合适比率加入到反应罐中。

得到的材料的 DSC 和 GPC 分析表明共聚物的 Tg 分别是 23℃和 31℃,而分子量则分别是 3500 g/mol 和 5600 g/mol。

得到的材料的 DECGATE ¹³C NMR 分析表明共聚物中有 9,3mol% CAP 和 7.6mol%CAP。

表 2

	进料中的%CAP	Tg	Mn
3K	9,3%	23	3500
5K	7.6%	31	5600

实施例 4 制备口香糖基质

为了测试实施例 3 制备的两批共聚物,制备了口香糖基质。这样,在不同的口香糖基质配方中测试了 Mn 为 3500 g/mol、Tg 为 23℃的合成树脂替代物 D,L-丙交酯和 ε -己内酯共聚物(在实施例 3 中标记为 3K),以及 Mn 为 5600 g/mol、Tg 为 31℃的合成树脂替代物 D,L-丙交酯和 ε -己内酯共聚物(在实施例 3 中标记为 5K)。

不同的口香糖基质配方根据表 3 制备。各组分的量为重量百分比。

表 3

	标准 (101)	树脂替代 物 1 (102)	树脂替代 物 2 (103)	标准 (107)	树脂 20%替 代物 2 (108)	树脂 35%替 代物 2 (109)
--	-------------	-------------------	-------------------	-------------	-----------------------	-----------------------

弹性体	18%	18%	18%	18%	18%	18%
PVAc	20%	-	-	20%	-	-
树脂替代物 1	-	20%	-	-	-	-
树脂替代物 2	-	-	20%	-	20%	35%
天然树脂	20%	20%	20%	20%	20%	5%
软化剂	25%	25%	25%	25%	25%	25%
填充剂	17%	17%	17%	17%	17%	17%

树脂替代物 1: Mn 为 3500 g/mol、Tg 为 23℃的 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯共聚物

树脂替代物 2: Mn 为 5600 g/mol、Tg 为 31℃的 D,L-丙交酯和 ϵ -己内酯共聚物

实施例 5 合成树脂替代物与 PVAc 的对比

在实施例 3 中合成的两种降解树脂替代物在粘度对剪切速率方面进行了评价,并使用 TA 设备的 AR 1000 型流变仪与 PVAc 进行了对比(在 100℃ flow sweep)。评价的结果如图 1 所示。可以清楚的看出,树脂替代物 2 在粘度方面比树脂替代物 1 更接近 PVAc。粘度是最终的口香糖品质和口香糖基质以及口香糖过程性质的重要参数。

实施例 6 评价由合成树脂替代物制备的口香糖基质的储能模量、损耗模量和 $\tan(\delta)$

评价了由合成树脂替代物(样品 102、103, 实施例 4, 表 3)制备的两种口香糖基质样品和由 PVAc(样品 101, 实施例 4, 表 3)制备的标准口香糖基质的储能模量(G')、损耗模量(G'')。并使用 TA 设备的 AR 1000 型流变仪测量了其流变学性质(在 70℃ 频率 sweep)。振动测量是通过在平行平台系统($d=2,0\text{cm}$, 开窗)的线性粘弹性区域和 70℃的压力来实

现的。

测量的结果如图 2 所示。从图 2 中可以看出,含有可降解的树脂替代物 1 和树脂替代物 2 的口香糖基质样品 102 和 103 的这些参数都分别接近标准口香糖基质(样品 101)。这样,当测量塑性(损耗模量)和弹性(储能模量)时,可以看出这些合成的树脂替代物与标准口香糖基质相似。塑性和弹性都是最终的口香糖基质品质的基本参数。从图 2 中也可以看出,含有树脂替代物 2 的口香糖基质样品的这些参数接近于标准。

实施例 7 咀嚼性能

为了测试含有可降解的合成树脂替代物 1 和树脂替代物 2(分别是 102 和 103)的口香糖基质的口香糖样品的咀嚼性能,口香糖的中心部分在咀嚼机(CF Jansson)中进行咀嚼。咀嚼频率设定在 1Hz,以 pH 缓冲液当作唾液,温度设定在 37℃。咀嚼时间设定到 15 秒、30 秒、60 秒、120 秒。咀嚼后,用 TA 设备的 AR 1000 型流变仪测量其流变学性质。这些测量的结果如图 3 所示,其中的综合弹性(G^*)和 $\tan(\delta)$ 与咀嚼时间的关系说明了随着咀嚼发生的品质变化。

从图 3 的综合弹性可以清楚的看出,含有可降解的合成树脂替代物 1(102)和树脂替代物 2(103)的样品都非常接近标准口香糖(101),而且树脂替代物 2(103)最接近标准口香糖。这些测量证实了实施例 5 得到的流变学数据。

实施例 8 硬度

将两种含有可降解的合成树脂替代物 1 和树脂替代物 2(分别是 102 和 103)的口香糖样品的硬度与标准口香糖进行了对比。样品的硬度测试是用压载实验完成的,使用的是 4 mm DIA CYLINDER STAINLESS,速度为 25mm/min。口香糖的测试距离是 3.5mm。

该实验的测试结果(N)如表 4 所示。

表 4

	5 次的平均硬度 (N)	S.D.(N)
标准口香糖 (101)	10.9	2.0
树脂替代物 1 (102) 样品	7.9	1.2
树脂替代物 2 (103) 样品	10.4	2.1

从表 4 中可以看出, 含有可降解的合成树脂替代物 1 和树脂替代物 2 的样品的硬度都非常接近标准口香糖, 而且树脂替代物 2 最接近标准口香糖。这些测量证实了实施例 5 (粘度) 和实施例 7 (综合弹性) 得到的流变学数据。

实施例 9 合成树脂 PVAc 和天然树脂的口香糖基质替代

建立了一个实验以测试合成的树脂替代物 2 是否适合用于替代口香糖基质中的合成树脂 PVAc 和天然树脂。这样, 对比了含有 20%天然树脂和 20%PVAc (样品 107, 表 4) 的标准口香糖基质和分别含有 20%树脂替代物 2 (替代 20%PVAc) 和 20%天然树脂 (样品 108, 表 4) 的口香糖基质、含有 35%树脂替代物 2 (替代 20%PVAc 和 15%天然树脂) 和 5%天然树脂的口香糖基质。这样, 与标准口香糖基质 (样品 107) 相比, 在样品 109 中的天然树脂的量减少了 75%。因此, 使用 TA 设备的 AR 1000 型流变仪测量了其下述流变学参数: G^* 和 $\tan(\delta)$ 对频率、粘度对剪切速率。

这些流变学测量结果如图 4 和图 5 所示。

从图 4 可以看出, 含有 20%和 35%树脂替代物的口香糖基质样品 (样品 108、109) 的粘度值与标准口香糖基质 (样品 107) 分成接近。

图 5 显示了 G^* 和频率 $\tan(\delta)$ 对频率的函数关系, 可以看出用树脂替代物 2 替代 PVAc (样品 108) 得到的口香糖基质与标准口香糖基质 (样品 107) 相似。从图 5 进一步可以看出, 用树脂替代物 2 替代 PVAc 和 75%的天然树脂 (样品 109) 得到的口香糖基质在测量的流变学性质方面与标准口香糖基质 (样品 107) 相似, 虽然它更加紧密 (高 G^*) 和有塑性 (高 $\tan(\delta)$)。

实施例 10 在标准口香糖配方中替代 PVAc 和天然树脂

下述实验的目的是测试口香糖基质,其中在标准薄荷油口香糖配方中的 PVAc 和天然树脂被替换为树脂替代物 2。

制备了三种口香糖: i) 含有 20%PVAc 和 20%天然树脂(样品 107, 表 3)的标准口香糖基质, ii) 含有 20%树脂替代物 2 和 20%天然树脂(样品 108, 表 3)的口香糖基质, iii) 含有 35%树脂替代物 2 和 5%天然树脂(样品 109, 表 3)的口香糖基质。

根据下面的表 5 制备了标准薄荷油口香糖。

表 5

	%wt.
口香糖基质	41.50
山梨醇粉	40.50
麦芽糖醇糖浆	5.50
木糖醇粉	10.50
薄荷油	1.0
薄荷醇	0.30
薄荷醇粉	0.20
薄荷粉	0.20
阿斯巴特	0.20
安赛蜜	0.10

评价了这三种口香糖的 G^* 和 $\tan(\delta)$ 。

图 6 显示了树脂替代物 2 的含量为 20% (108) 和 35% (109) 的标准 (107) 和样品口香糖。

从图 6 可以看出, 基质中树脂替代物 2 的含量为 20% (108) 和 35% (109) 的两种口香糖在初始阶段比较软, 即直到咀嚼开始以后 45 秒。60 秒以后, 样品 107 和 108 之间没有差别。样品 107 和 108 的 $\tan(\delta)$ 也相似。上述的流变学结果也证实了这一事实: 树脂替代物 2 具有与 PVAc

相近的性质。

因此，这三种口香糖组合物的硬度也用 Instron 硬度测量方法进行了评价。这些测量的结果如表 6 所示。

表 6

口香糖配方	硬度 (N); 5 次平均值	S.D. (N)
标准口香糖基质 (107)	20.4	0.7
含有 20%树脂替代物 2 (108) 的口香糖基质	20.4	0.7
含有 35%树脂替代物 2 (109) 的口香糖基质	27.1	0.6

从表 6 中可以看出，硬度的测量结果也证实了上面实施例 9 的数据，样品 108 的性质与标准 (107) 相近。这样，可以看出基质中含有 35%树脂替代物 2 (109) 的口香糖在开始咀嚼时比样品 107 和 108 硬一些。

实施例 11 测试的口香糖的感官分析

三种口香糖样品由感官专家进行测试，品尝室按照 ISO 8598 标准建立，室温，使用随机 3 位编码的 40 ml 无味塑料杯。测试样品分别在咀嚼 0-1 分钟（初始阶段）、2-3 分钟（中间阶段）、4-5 分钟（最后阶段）后进行评价。在每尝试一次样品之间，专家可以休息 3 分钟。

评估了下述标准参数：薄荷香味、薄荷醇、香味强度、粘牙度、苦味、初始软度、体积、柔软性、甜味、未记录 (off-notes)、平滑度和弹性。对于每一个参数，专家都要给出 0-15 之间的任意分值。得到的数据用 FIZZ 电脑软件 (French Bio System) 处理，将结果转换成图 7-9 所示的感官图。

在测试的口香糖中，在所有的三个阶段的主要区别如下：

含有 20%和 35%的树脂替代物 2 的口香糖显示了比标准更高的柔软性，除了初始柔软性是 109 最硬（证实了上述实施例 10 的硬度结果）。

含有 20%和 35%的树脂替代物 2 的口香糖显示了比标准更低的粘牙性。

替代树脂样品的弹性和体积都比标准低，这可以用天然树脂量的减少引起软化和适当的弹性品质来解释。

实施例 12 不粘性测试

实验 Instron 设备和 SMS Chen-Hoseny Douch Stickiness Rig 测试了表 3 中的口香糖基质的粘度。口香糖在咀嚼机中咀嚼 5 分钟以后进行测量。Instron 的条件设定到使交错头下落的速度为 0.5 mm/s 以接触口香糖；探头（不锈钢）然后达到 10 N.A 持续 5 秒以释放压力。探头撤回的速度为 10 mm/s。粘力测试如表 7 所示。

表 7

	标 准 (101)	树脂替代 物 1 (102)	树脂替代物 2 (103)	标准(107)	树脂 20% 替代物 2 (108)	树脂 35% 替代物 2 (109)
平均结果 (N)	4.32	4.19	2.33	7.06	3.81	1.66
S.D.	0.24	0.33	0.45	1.67	0.50	0.13

从表 7 中可以清楚的看出，与标准口香糖基质（101）和样品 102 相比，其中的 PVAc 替代为树脂替代物 2（样品 103）的口香糖基质的粘度减小。

而且，当 PVAc 和 75%的天然树脂替代为树脂替代物 2（样品 109）时，粘度还会降低。这样，样品 109 的粘度是 1.66，而标准口香糖基质（107）则是 7.06。

两种标准配方（101 和 107）中的粘度差异原因是两种口香糖“年龄”的差异（101、102、103 同龄）（107、108、109 同龄）。

实施例 13 降解测试

测试的口香糖含有至少一种可降解的聚酯聚合物。

为了测试降解速度，测试了要实验的替代聚合物（D,L-丙交酯和 ε - 己内酯共聚物）的稳定性。

稳定性测试是在气候控制室中进行的，条件如下：温度 30℃，相对湿度 70%。

降解速度以分子量的降低来表示，以 GPC 方法测试。

图 10 显示了储存 50 天以后的替代物开始降解。180 天以后，替代物的分子量减小为初始值的约 10%。

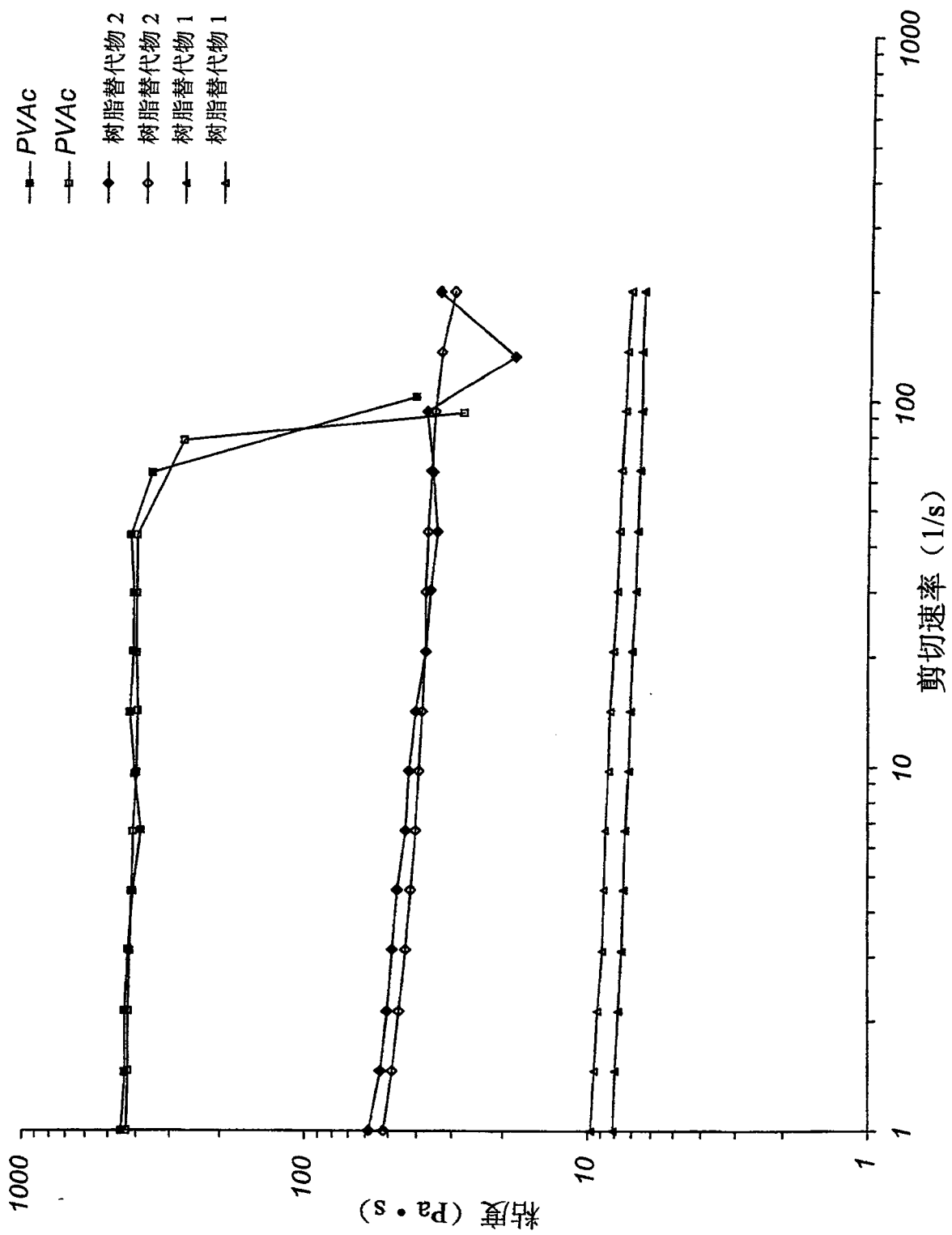


Fig. 1

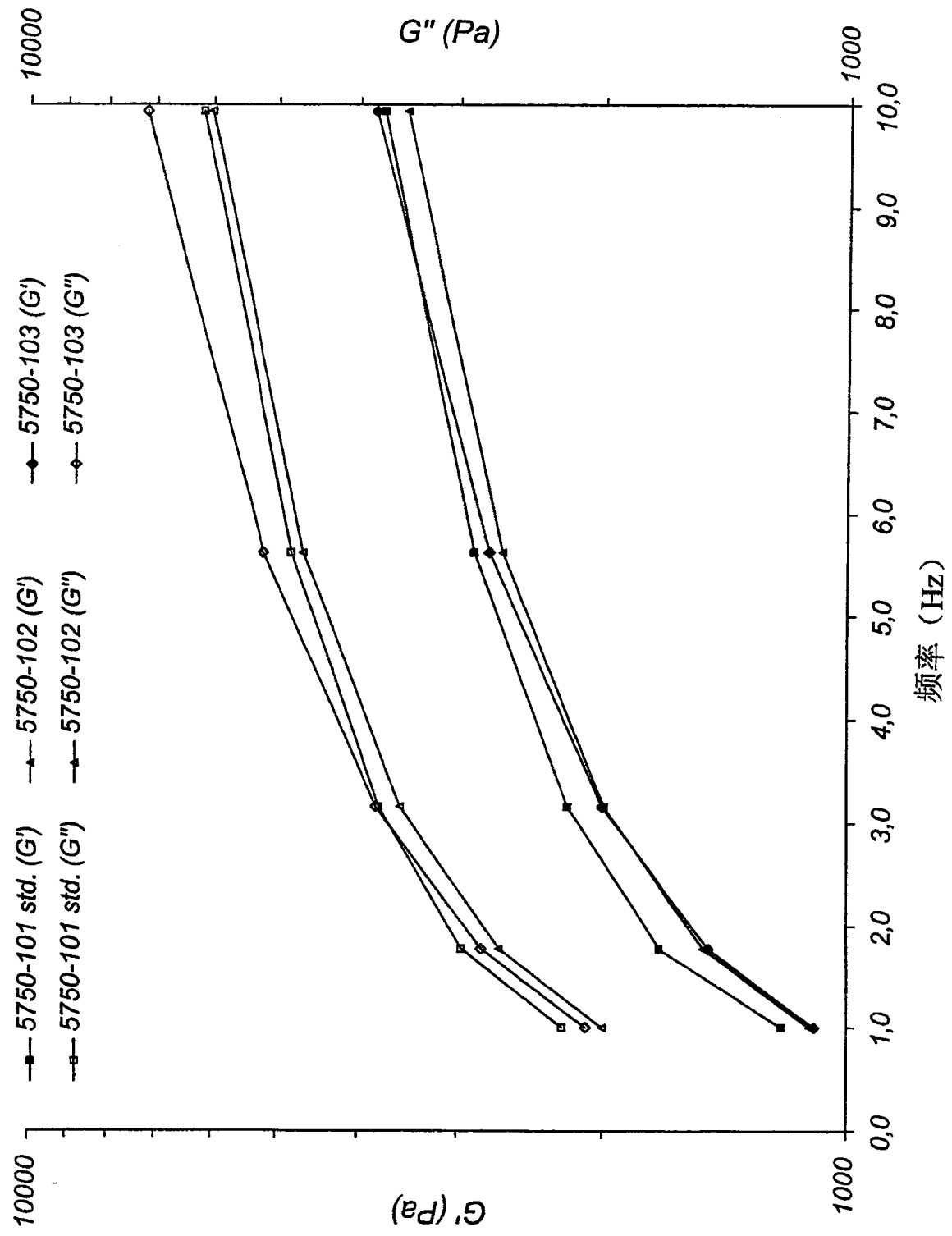


Fig. 2

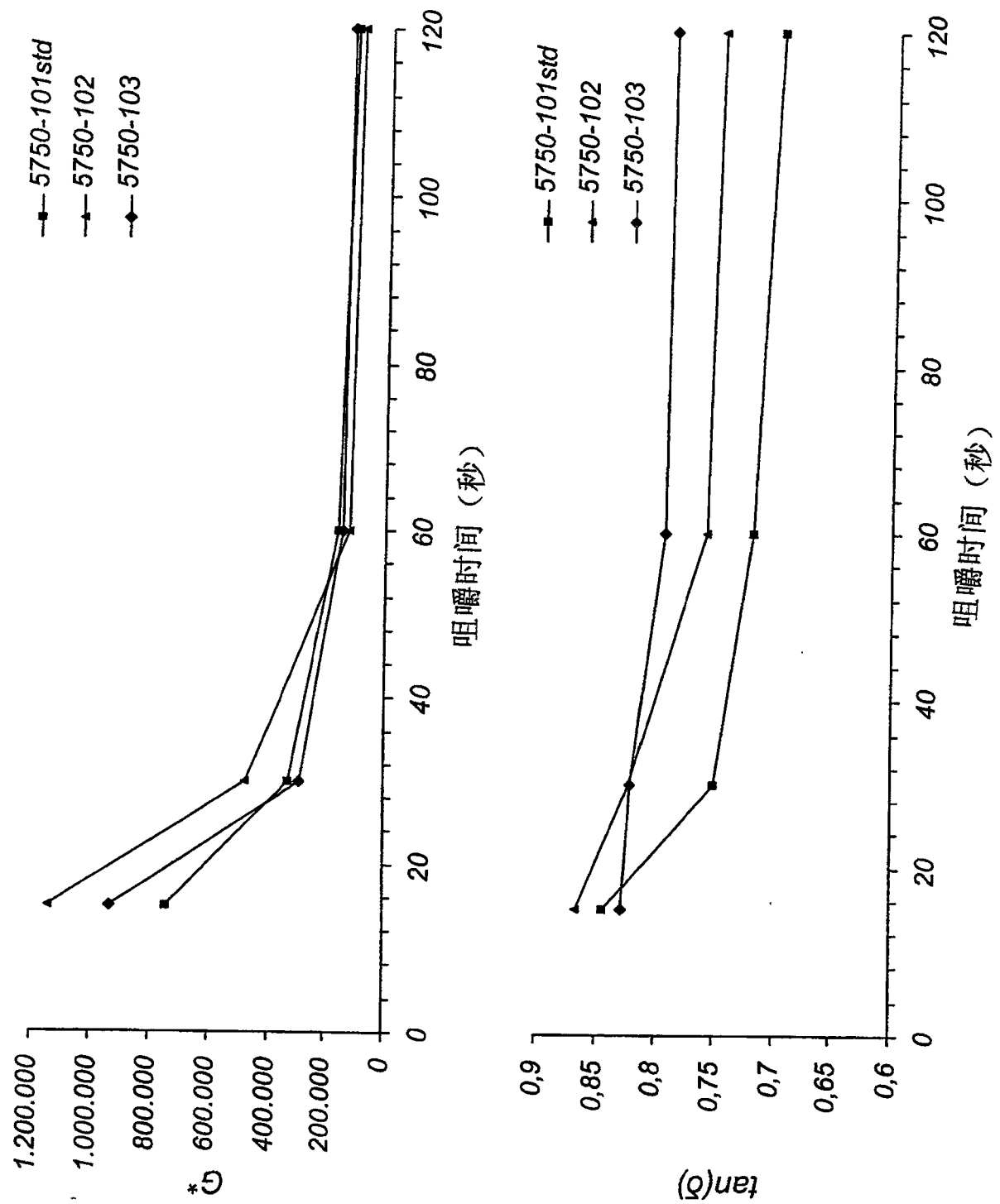


Fig. 3

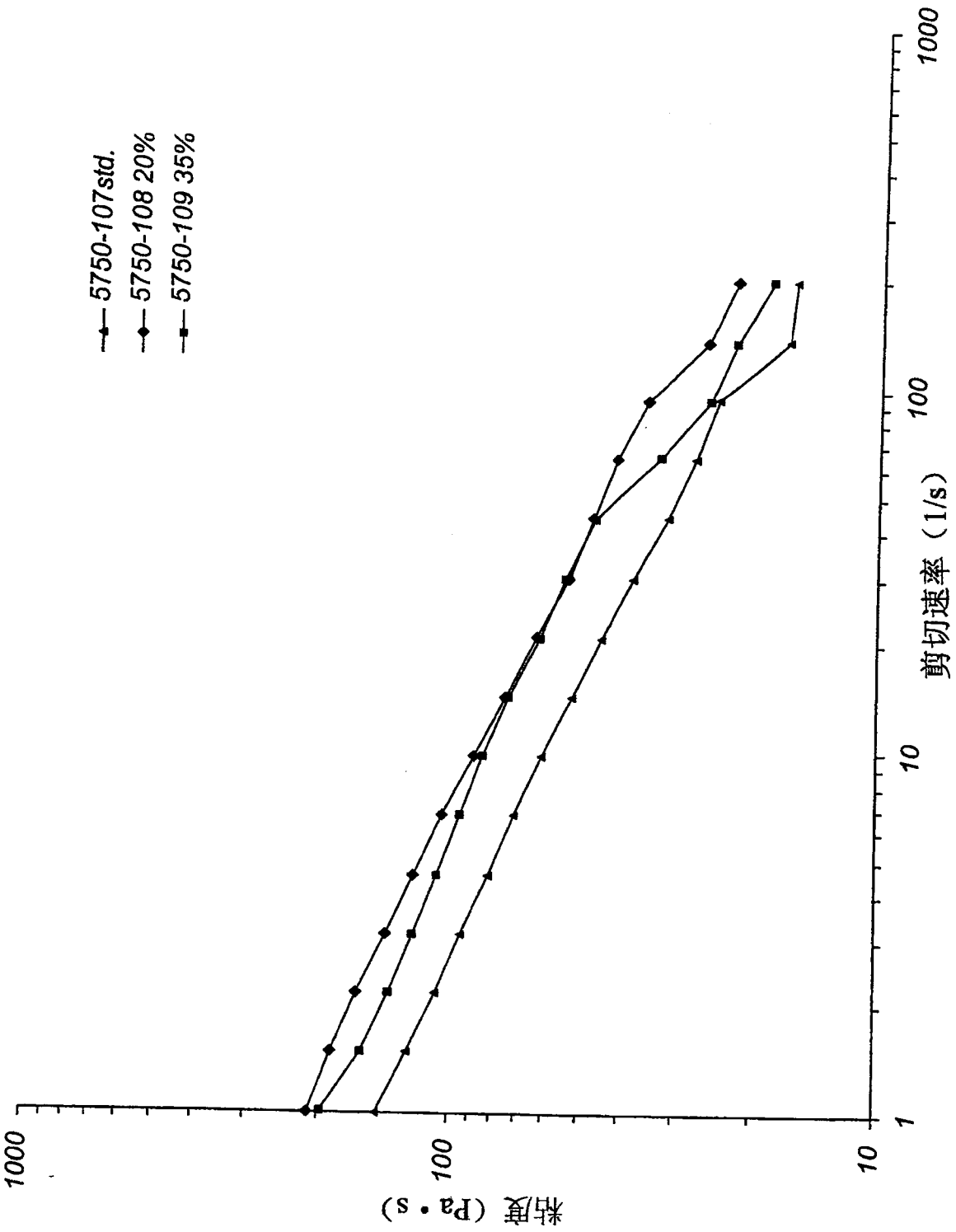


Fig. 4

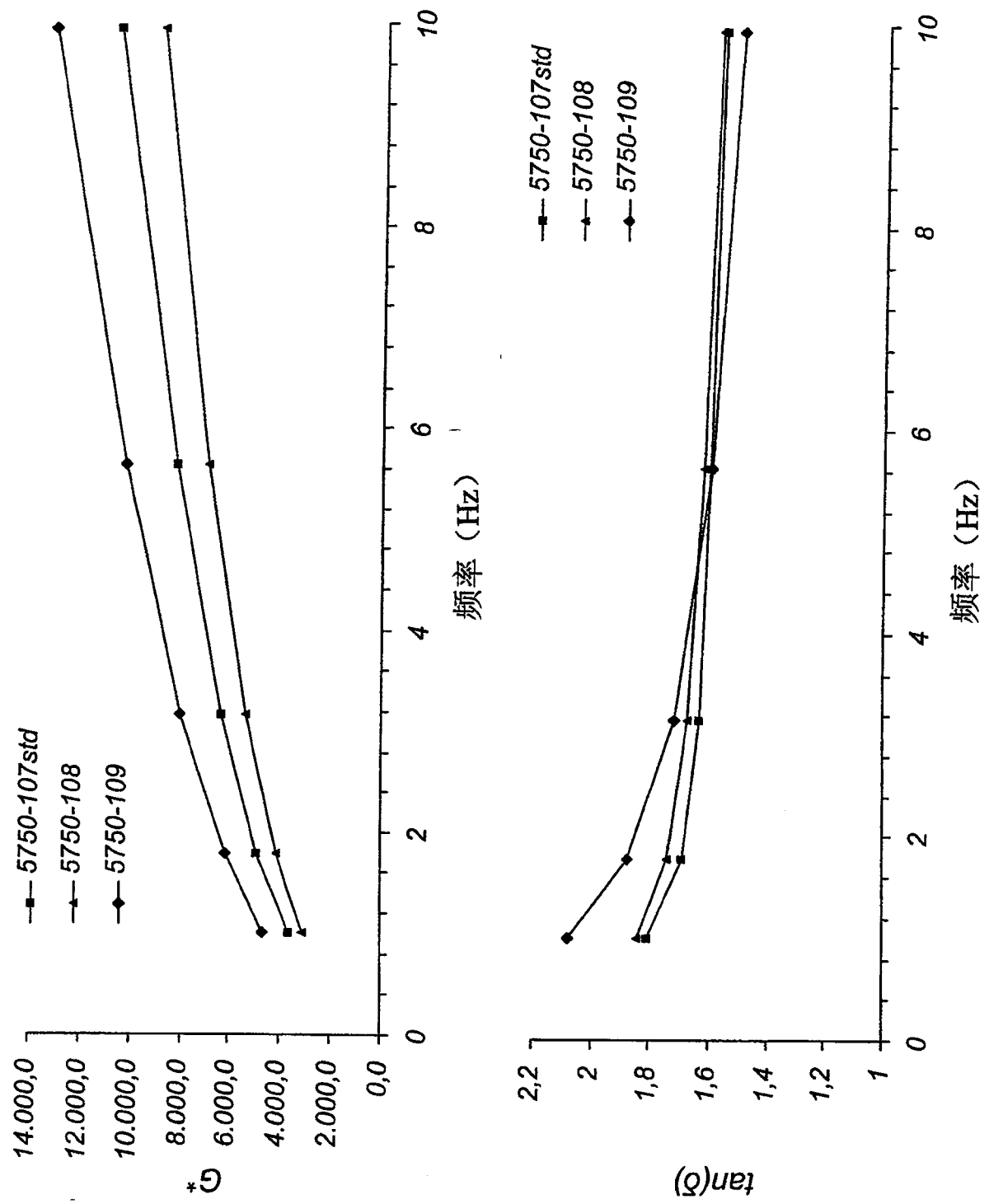


Fig. 5

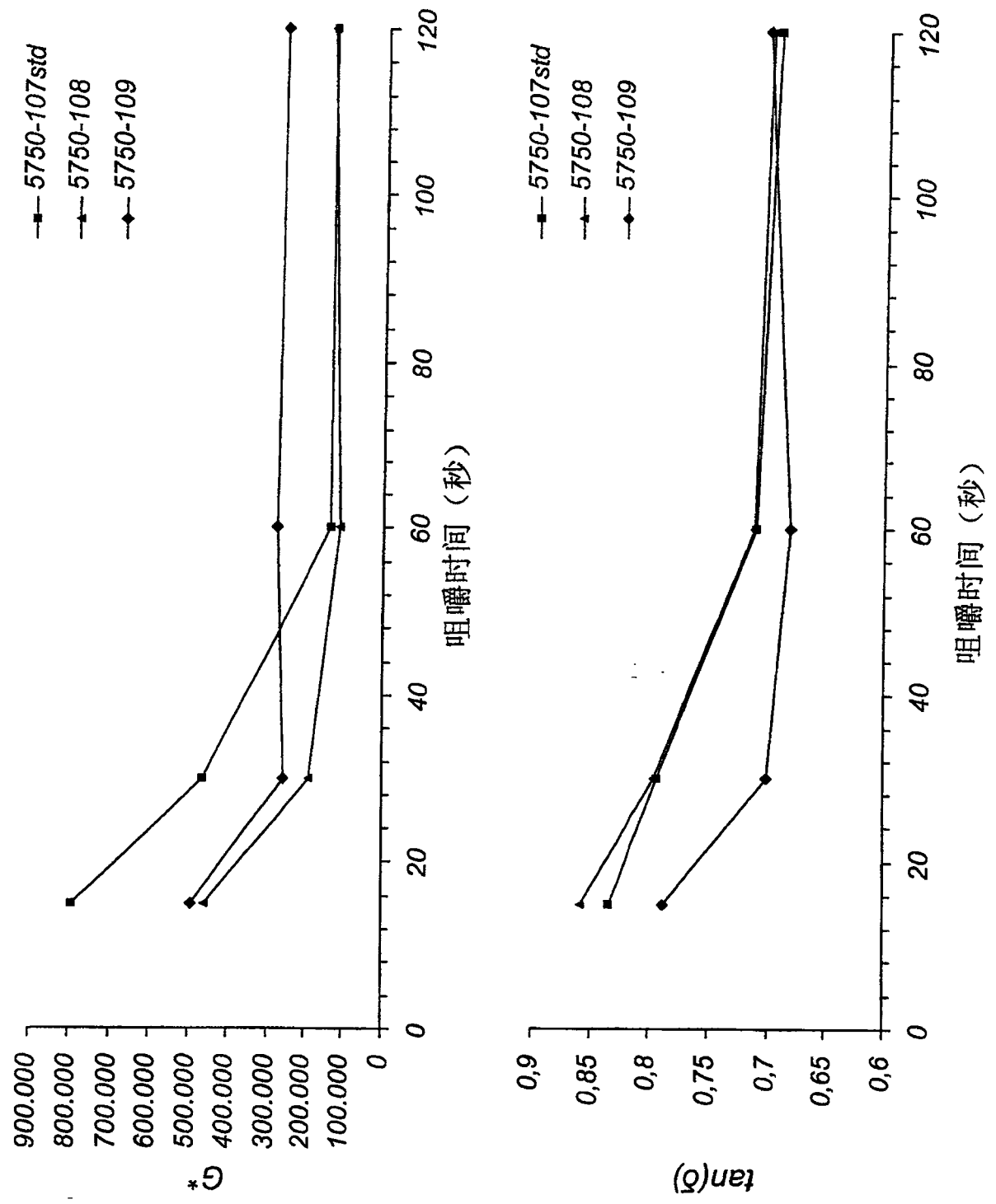


Fig. 6

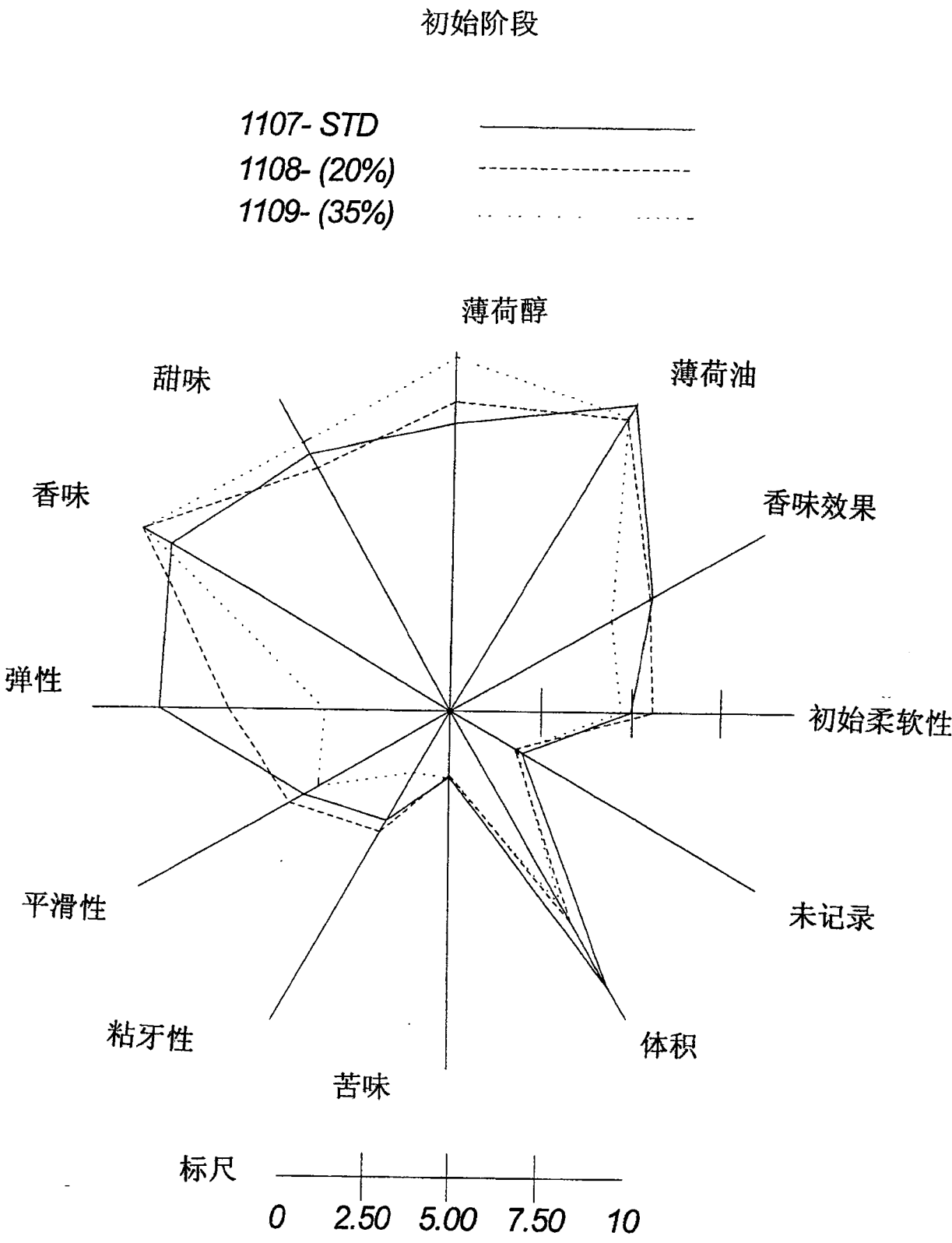


Fig. 7

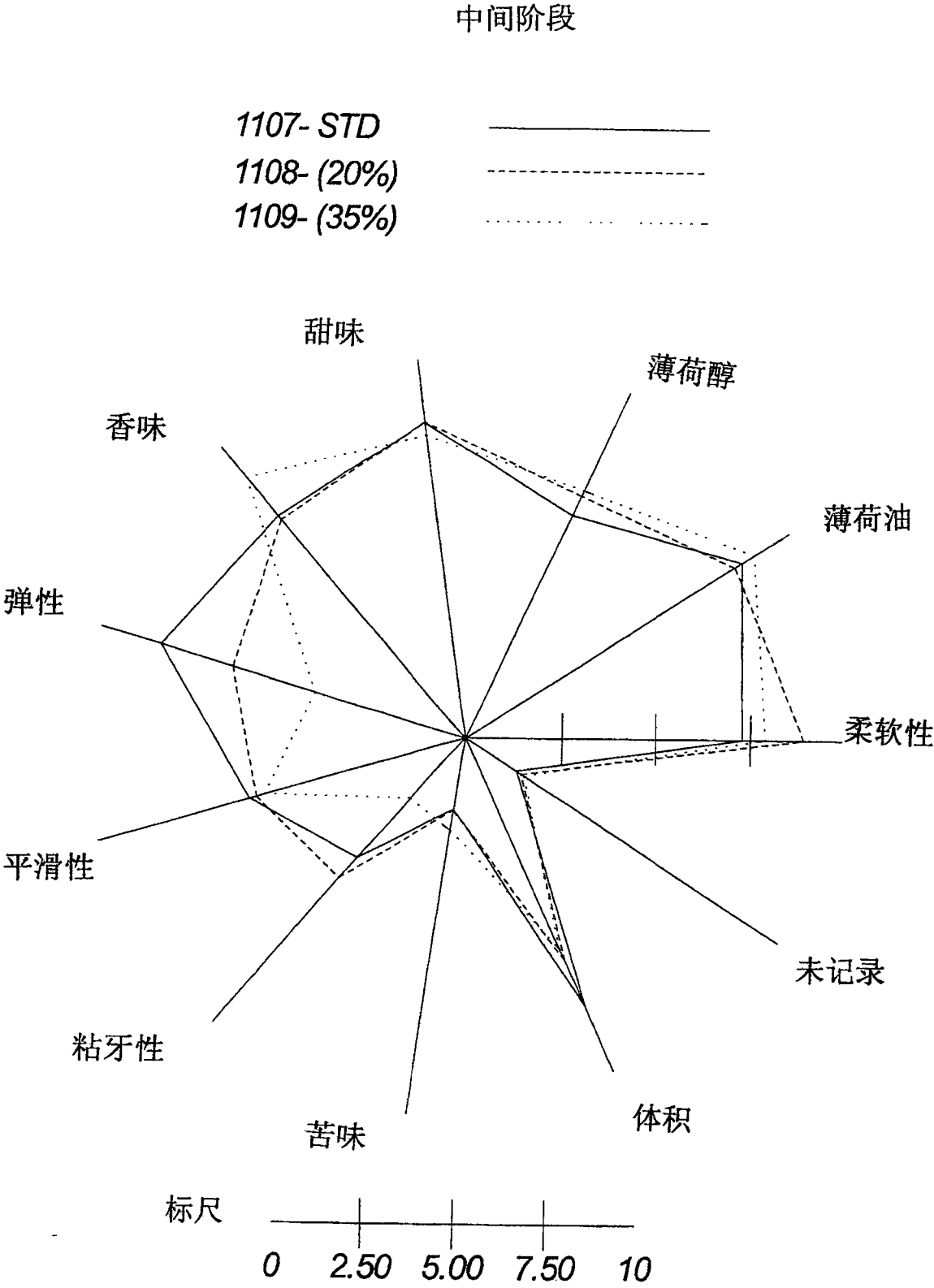


Fig. 8

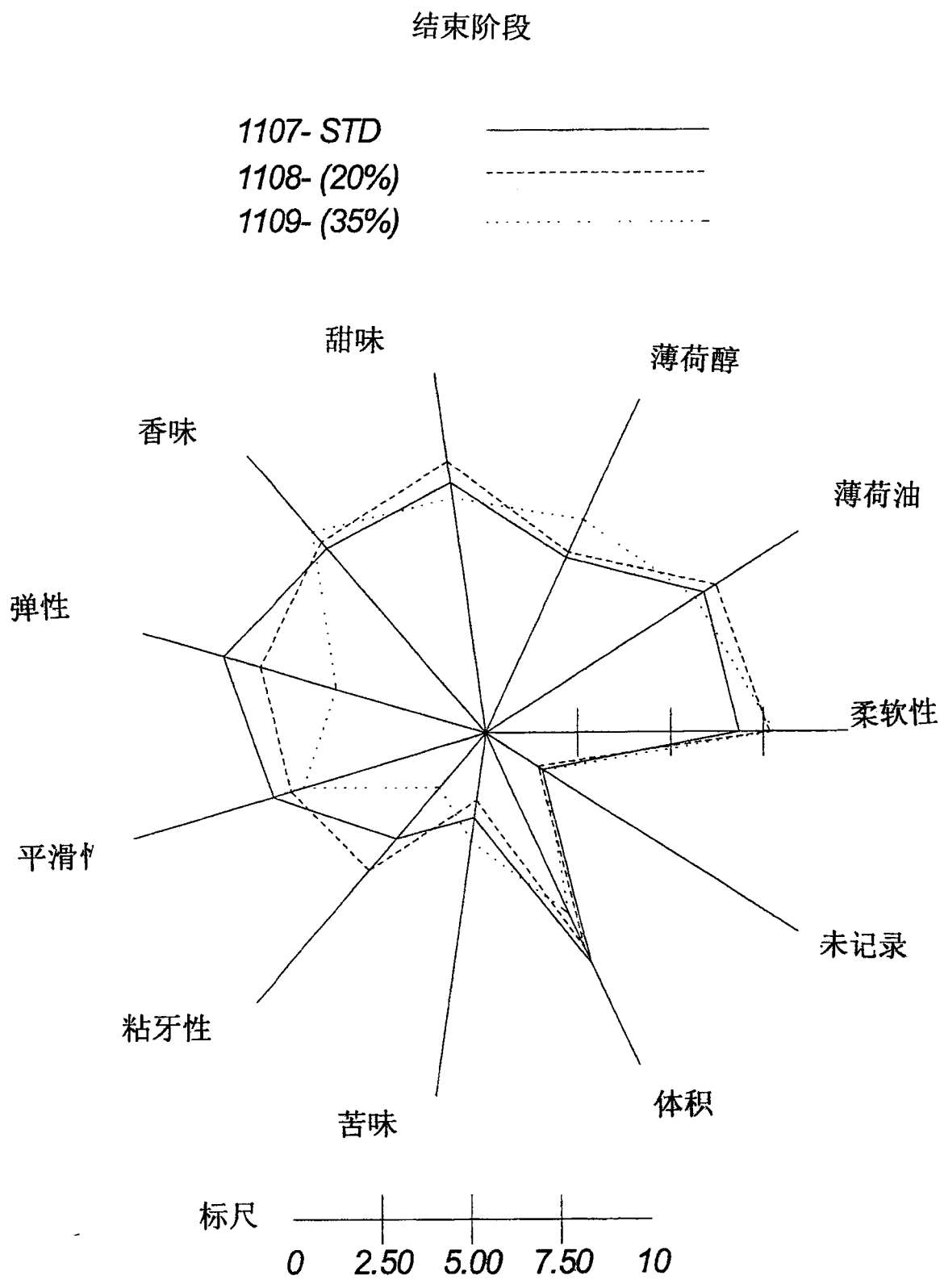


Fig. 9

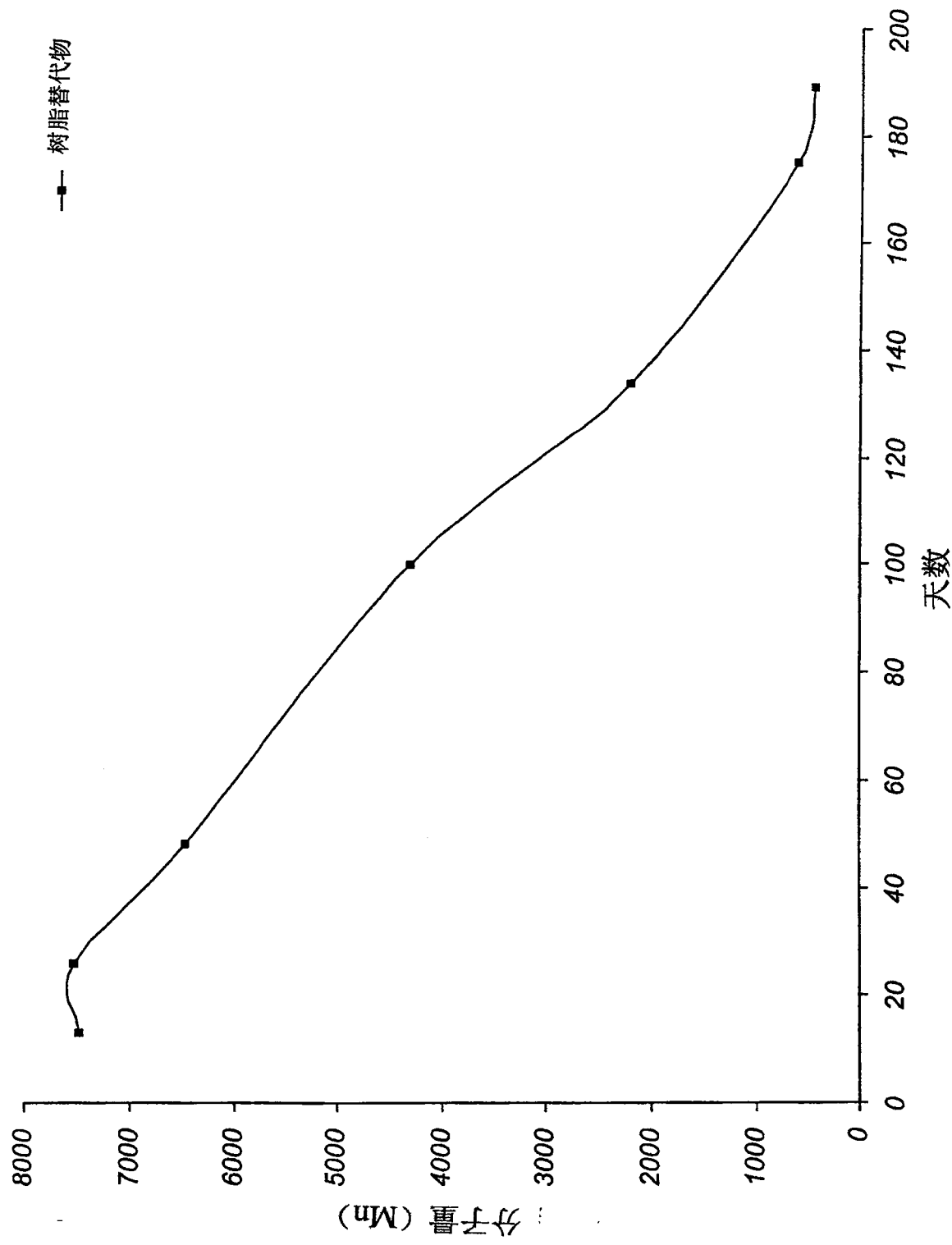


Fig. 10