PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

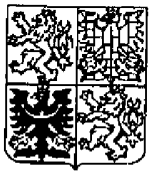
zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

505-99

(19)

ČESKÁ REPUBLIKA



ÚŘAD PRŮMYSLOVÉHO VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **15. 02. 99**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **17.02.98**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **98/024654**

(33) Země priority: **US**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **15. 09. 99**
(Věstník č. 9/99)

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.[6]:
A 23 B 4/10
A 23 B 7/16
A 23 B 9/14

(71) Přihlášovatel:
VISKASE CORPORATION, Chicago, IL, US;

(72) Původce:
Merritt II Frederick Maynard, Lockport, IL, US;

(74) Zástupce:
Hakr Eduard Ing., Přístavní 24, Praha 7, 17000;

(54) Název přihlášky vynálezu:
Jedlá fólie a způsob její výroby

(57) Anotace:
Jedlá fólie, která je nerozpustná ve vodě, a která je tvořená směsí polysacharidů a proteinů, a zejména ternární směsí konjakové mouky, tvořící hlavní složku, a dále adaru a želatiny. Vynález dále obsahuje způsob výroby této fólie, zahrnující operaci deacetylování, při níž se stane konjaková mouka nerozpustnou.

CZ 505-99 A3

Jedlá fólie a způsob její výroby

Oblast techniky

Vynález se týká jedlé fólie, která může sloužit jako náhrada kolagenu. Vynález se zejména týká samostatné jedlé fólie, mající dostatečnou pevnost za mokra, aby mohla být použita jako náhrada kolagenu ve výrobě uzenin a podobně.

Dosavadní stav techniky

Kolagen se běžně používá jako jedlá fólie v některých případech použití v potravinářském průmyslu. Například kolagenové obaly se používají při balení různých druhů uzenin, jako je nádivka do uzenin z čerstvého vepřového masa a podobně. Kolagen se také může společně protlačovat s uzeninou, takže kolagenový obal se vytváří přímo na uzenářském výrobku. V dalších příkladech použití se kolagenových fólií používá k zabalení celých kusů masa, jako jsou celé šunky, k dalšímu zpracování nebo k uskladnění. Kolagen používaný při výrobě uzenin se obvykle konzumuje s potravinářským výrobkem, na rozdíl od celulózových obalů, které se odstraňují před konzumací uzeniny.

Další běžně dostupné jedlé fólie se vyrábějí z mnoha druhů polysacharidů, rostlinných proteinů a lipidů. Různé polysacharidy, používané v jedlých fóliích obsahují mezi jiným, algináty, pektiny, karagény a škroby. Jiné proteiny než kolagen, používané ve výrobě obalů na potraviny obsahují želatinu (odvozenou z kolagenu), kasein a albumin a různé rostlinné proteiny, jako je pšeničný a kukuřičný lepek a sójový olej. Lipidové fólie, které se původně používaly jako obaly, obsahují glyceridy mastných kyselin a různé vosky, jako je parafin a včelí vosk.

V patentu US 3,687,661 je popsán jedlý obal z rostlinných proteinů, sestávající z proteinu pocházejícího z kukuřice, burských oříšků, pšeničných zrn nebo sójových bobů, který se protlačuje, koaguluje a tvaruje například ve spojení se síranem hlinitým nebo nějakým aldehydem.

V patentu US 5,084,307 je uvedena fólie složená z polysacharidu (jako je karagén) rozpustného ve vodě, z polyfunkčního alkoholu (polyolu) a z vody, umístěná na podkladové fólii, sestavené ze soli kaseinu s alkalickým kovem, z proteinu ze sójových bobů a želatiny.

V patentu US 5,543,164 je uveden povlak potravinářských výrobků, tvořený denaturovaným proteinem vybraným z mléčných proteinů, syrovátkových proteinů, kaseinu, pšeničných proteinů, sójových proteinů, vaječného albuminu, kukuřičného zeinu (lepkavé bílkoviny v kukuřici), proteinu z burských oříšků a keratinu, dále z lipidů vybraných z esterů mastných kyselin, mastných alkoholů, vosků, monoglyceridů a triglyceridů, a z plastifikátorů vybraných z glycerolu, sorbitolu a polyethylenglykolu.

Ve spisu WO 92/01394 je uvedena fólie, tvořená směsí jedlého proteinu a jedlého polysacharidu, kde tato fólie je potažena jedlým hydrofóbním materiálem, jako je jedlý olej nebo vosk.

Jedním z polysacharidů, který se používá k výrobě jedlé fólie, je glukomanan Glukomanan může být popsán jako polysacharid pocházející ze zrnek rostliny Amorphophallus konjac (Amorphophallus konjac plant), která má široký rozsah použití. Používá se například v orientu jako potravinový zdroj. Společnost FMC Corporation dodává rafinovanou (čištěnou) glukomananovou nebo konjakovou mouku pod označením NUTRICOL®. Literatura vydávaná společností FMC popisuje způsob výroby fólie z konjakové mouky NUTRICOL®.

V patentu US 5,695,800 je v jednom provedení popsán způsob odlévání glukomananové fólie přímo na potravinářský výrobek Tento způsob, zejména umožňuje odlévání roztoku konjakové mouky na povrch potravin, deacetylování roztoku nasyceným solným roztokem, s hodnotou pH jinou než neutrální, pro

vytvoření nerozpustného gelu, sušení gelu s obsahem soli k vytvoření fólie a vymývání soli z fólie a opětovné sušení. Ve druhém provedení se vytváří samostatná fólie podobným způsobem, kde se však používá pouze konjaková mouka, bez obalových vrstev zrna.

Ve spisu EP 273 069 je uvedena směs používaná k výrobě jedlé fólie, sestávající ze směsi glukomananu, druhého polysacharidu a glycerinu.

Ve spisu EP 709 039 je uvedena výroba fólie z termoplastického škrobu, smíchaného s proteinem, zejména želatinovým, kaseinovým nebo pšeničným proteinem a zesíťujícím činidlem.

I když bylo věnováno velké úsilí k nalezení vhodné náhrady jedlého kolagenu, zůstává kolagen stále výběrovým materiálem pro samostatnou fólii k použití v potravinářském průmyslu, díky nákladům a jeho fyzikálním vlastnostem. Například, jak již bylo uvedeno, v patentu US 5,695,800 je popsána samostatná glukomananová fólie. Tato fólie se však vyrábí z konjakové mouky, bez obalových vrstev zrna, která se obtížně získává, a její fyzikální vlastnosti, jako je pevnost za mokra, jsou horší než u kolagenu. V tomto ohledu, by fólie, která by mohla být považována za vhodnou náhradu za kolagen, měla mít pevnost v tahu za mokra a poměrné prodloužení při přetržení, srovnatelné s ekvivalentní jedlou kolagenovou fólií.

Jedním cílem vynálezu je proto vytvoření jedlé fólie, která je vhodná k nahrazení kolagenu při výrobě potravinářských výrobků.

Dalším cílem vynálezu je vytvoření fólie, jako náhradu kolagenu, tvořenou směsí polysacharidu a proteinu.

Dalším cílem vynálezu je vytvoření takové fólie, kde polysacharid je tvořen směsí s obsahem glukomananu.

Ještě dalším cílem vynálezu je vytvoření takové fólie, kde hlavní složkou je komerčně dostupná glukomananová mouka s obalovými vrstvami zrna.

A dalším cílem vynálezu je vytvoření způsobu výroby samostatné fólie, tvořenou směsí polysacharidu a proteinu, která je vhodná k nahrazení jedlého kolagenu v potravinářském průmyslu.

Podstata vynálezu

Fólie podle vynálezu je ternární polymer sestávající z konjakové mouky (glukomananu), agaru a želatiny. Jak je uvedeno v patentu US 5,695,800, konjaková mouka se používá k vytvoření fólie, přičemž se roztok mouky odlévá na výrobek, potom se deacetyluje pro koagulování konjaku, a potom se suší. Jak je uvedeno v tomto patentu US 5,695,800, tento způsob byl nejprospěšnější při způsobu současného protlačování, kde se fólie vytváří přímo na místě na potravinářském výrobku. Je to proto, že konjaková mouka s obalovými vrstvami zrna, která je komerčně dostupná u společností FMC pod označením NUTRICOL®, neumožňovala vytvoření samostatné fólie. Pro účely samostatné fólie se musí tato mouka dále čistit pro odstranění obalových vrstev zrna.

Podle tohoto vynálezu se však používá komerčně dostupná konjaková mouka. Konjaková mouka tvoří hlavní složku a působí jako základní médium vytvářející fólii v ternárním polymerním systému podle vynálezu. Konjaková složka, po svém deacetylování, je nerozpustná ve vodě, což znamená podstatnou vlastnost fólie.

Druhou složkou fólie je agar. Agar nebo agar-agar je výtažek z mořských řas, mající schopnost vytváření silných gelů. Je rozpustný ve vařící vodě a vytváří gely o nízké koncentraci. Navíc, gely vytvořené z agaru jsou jedinečné v tom, že gelatinizace nastává při teplotách nižších, než je teplota tání gelu. Například agarový gel vytvořený ochlazením a současným gelováním roztoku agaru se může opět ohřát dosti nad teplotu gelování, dříve než nastane opětné zkapalňování.

Jelikož agar vytváří gel při teplotách vyšších než konjak, je důležitou složkou této fólie. V tomto ohledu agar slouží především pro vytváření gelu, když chladne ternární směs. Gelatinizace je dostatečná k vytváření určité koherence nebo „hlavní části" směsi. Takže agar vytváří základní hmotu (matrici) pro udržování dalších složek, když se směs ochlazuje, a potom se opět ohřívá pro své vysoušení. Agar zejména tvoří alespoň 22 % hmotnostních ze tří složek, a může být obsažen ve směsi stejným dílem jako konjak.

Třetí složkou je želatina. Želatina je obsažena ve směsi zejména v menším množství, a to v menším množství než agar. Želatina je proteinová složka, která pomáhá zvyšovat pevnost struktury fólie. Jednou možnou teorií o působení želatiny v tomto ternárním systému je, že vytváří zesiťující mechanismus, který přidržuje molekuly želatiny vzájemně vůči sobě a k polysacharidovým molekulám konjaku a agaru. Uvažuje se například, že mezi želatinovými a polysacharidovými molekulami existuje vodíková vazba.

Takže, když tato třísložková směs chladne, nejdříve tuhne agar jako gel, který vytváří základní hmotu (matrici) pro udržování dalších složek. Po dalším ochlazování nastává gelování konjakové mouky a při následujícím upravování se deacetyluje konjak, takže celý ternární systém se stane nerozpustným ve vodě, pro vytvoření samonosné vrstvy, která má pevnost za mokra alespoň stejnou jako kolagen. Želatina vytváří zesiťující mechanismus pro udržování složek pohromadě.

Fólie zejména obsahuje 42,5 až 60 % hmotnostních konjakové mouky, 22 až 42,5 % hmotnostních agaru a 15 až 25 % hmotnostních želatiny.

Způsobem podle vynálezu se smíchají dva polysacharidové polymery, konjaková mouka a agar, a proteinový polymer a želatina jako suchý prášek. Jejich poměr je obvykle 42,5 až 60 % hmotnostních konjakové mouky, 22 až 42,5 % hmotnostních agaru a 15 až 25 % hmotnostních želatiny, s cílovou nebo přednostní směsí v poměru 48:32:20 konjaku : agaru : želatině.

Tato směs se smíchá s vodou, za varu pod zpětným chladičem (reflux), dokud nenastane úplné rozpuštění. V přednostním provedení se přidává dostatek této suché směsi do horké vody pro vytvoření alespoň 3 % celkového obsahu tuhých látek. Vyšší obsah tuhých látek 10 až 12 % může být v přednostním provedení 14 až 16 %, což se jeví jako horní mez, způsobená omezenými možnostmi strojního zařízení a potížemi při rozpouštění směsi.

Když nastane úplné rozpuštění směsi, přidá se zvláčňovací prostředek, jako glycerin. Roztok se potom odlévá nebo vytlačuje jako fólie na nosný povrch a nechá se vychladnout.

Během chlazení způsobuje agarová složka ztuhnutí roztoku na pevný gel. Tento gel se potom suší až na celkový obsah vlhkosti asi 6 až 7 %. To způsobuje zborcení gelové struktury, čímž se zmenší vzdálenost mezi polymerními molekulami, a umožní se vznik vodíkové vazby mezi molekulami. V tomto místě se také uvažuje, že nastává mechanická vazba pomocí kolagenových přehybů v želatině a pomocí zdvojování molekul. Výslednou strukturou je suchá fólie, tvořící meziprodukt, který se potom upravuje dalším zpracováním.

Upravování fólie se provádí přivedením suché fólie, tvořící meziprodukt, do slané lázně, jejíž hodnota pH je jiná než neutrální. Zatímco slaná lázeň rehydratuje suchou fólii, koncentrace soli omezuje rozsah rehydratace. Hodnota pH této lázně deacetyluje konjak, který se stává nerozpustný. Folie, která je nyní nerozpustná a částečně hydratovaná, se suší podruhé, aby se dokončil proces upravování. Vysušená fólie se potom promývá k odstranění soli a ponoří se do plastifikačního roztoku, jako je 5% roztok glycerinu. Glycerin zvláčňuje fólii a zajišťuje její pružnost, když se fólie suší. Proto se promytý film s obsahem glycerinu suší potřetí na obsah vlhkosti asi 5 až 12 %, k vytvoření jedlé, samonosné fólie, podle vynálezu.

Bylo zjištěno, že fólie vytvořená tímto způsobem má vlastnosti, které ji činí vhodnou jako náhradu za kolagen v určitých případech použití. V tomto ohledu, fólie nahrazující kolagenovou fólii, která je vhodná pro potravinářský průmysl, by měla být jedlá a nerozpustná ve vodě. Tato fólie by také měla mít fyzikální vlastnosti alespoň srovnatelné s komerčně dostupnými kolagenovými fóliemi. Například jedna komerčně dostupná kolagenová vrstva má průměrnou pevnost v tahu za mokra asi 0,7 kg/mm^2 a poměrné prodloužení při přetržení asi 55 %. Pevnost v tahu, jak bylo zjištěno, je průměrná pevnost v tahu ve strojním směru (MD) a v příčném směru (TD) nebo (MD+TD)/2. Průmyslově dostupný kolagenový obal, vyráběný různými výrobci, má průměrnou pevnost v tahu asi 0,8 kg/mm^2 a poměrné prodloužení při přetržení asi 48 %.

Takže fólie podle vynálezu může být podle jednoho hlediska charakterizována jako samonosná jedlá fólie, tvořená ve vodě nerozpustnou směsí konjakové mouky, agaru a želatiny, polyolového plastifikátoru a vody.

Podle druhého hlediska může být fólie podle vynálezu charakterizována jako samonosná fólie sestávající :

a) ze 40 až 70 % směsi nerozpustné ve vodě a obsahující směs

i) 42,5 až 60 % hmotnostních konjakové mouky,

ii) 22 až 42,5 % hmotnostních agaru,

iii) 15 až 25 % hmotnostních želatiny,

b) ze 20 až 40 % polyolového plastifikátoru a

c) z 5 až 12 % vody.

Fólie má zejména průměrnou pevnost v tahu za mokra alespoň 0,7 kg/mm^2 a poměrné prodloužení při přetržení alespoň 55 %.

Způsob výroby této fólie podle vynálezu může být charakterizován následujícími kroky:

a) nejdříve se smíchá za sucha konjaková mouka, agar a želatina,

b) potom se směs rozpustí ve vodě obsahující glycerin, za varu pod zpětným chladičem, a připraví se pasta,

c) dále se pasta odlévá jako tenká vrstva a chladí se a vytvoří se gel,

d) dále se gel suší a vytvoří se neupravená fólie, tvořící meziprodukt,

e) dále se neupravená fólie, tvořící meziprodukt, spojí s nasyceným solným roztokem o hodnotě pH jiné než neutrální, kde se deacetyluje konjaková mouka a vytváří se fólie nerozpustná ve vodě a obsahující sůl,

f) dále se fólie nerozpustná ve vodě a obsahující sůl suší.

g) dále se fólie nerozpustná ve vodě promývá a vytváří se fólie bez obsahu soli,

h) dále se fólie bez obsahu soli plastifikuje a

i) nakonec se fólie bez obsahu soli suší a vytváří se samostatná fólie, sestávající ze 40 až 70 % hmotnostních směsi konjaku : agaru : želatiny, ze 20 až 40 % hmotnostních plastifikátoru a z 5 až 12 % hmotnostních vody.

Přehled obrázků na výkrese

Jediný obrázek představuje schematické znázornění kroků způsobu k vytváření samostatné jedlé fólie způsobem podle vynálezu.

Příklady provedení vynálezu .

Na obrázku je znázorněno strojní zařízení k provádění způsobu podle vynálezu, které je obecně označené vztahovou značkou 10. Zařízení zahrnuje míchačku 12 prášku pro mísení suchých složek směsi, a to konjakové mouky (glukomananu), agaru a želatiny. Tato suchá směs se potom přivádí do reaktoru 14 vyhřívaného párou a opatřeného míchadlem. V reaktoru 14 se suchý prášek míchá s vodou a glycerinem, dokud se směs prášků nerozpustí. Podle přednostního pořadí kroků pracovní operace se nejdříve ohřívá voda v reaktoru 14 asi na 45°. Potom se prášková polymerní směs disperguje prosíváním do vody. Teplota se zvýší a směs ze zpracovává za varu pod zpětným chladičem (reflux) a míchadlo je v činnosti, dokud se polymerní směs úplně nerozpustí. Roztok, který může mít pastovitou konzistenci, se čerpá do štěrbinové vytlačovací hubice 16. I když je možné vytlačování dutých profilů, bude způsob podle vynálezu popsán v souvislosti s vytlačováním tenkých vrstev. Proto se roztok přiváděný do vytlačovací hubice 16 vytlačuje na podpěrný dopravní pás 18, kde geluje a vytváří vrstvu 19 o tloušťce asi 0,25 až 1,5 mm. Gel přepravovaný podpěrným dopravním pásem 18 prochází první sušičkou 20.

V první sušičce 20 se gel suší a vytváří neupravenou fólii 21, tvořící meziprodukt. Neupravená fólie 21 přepravovaná podpěrným dopravním pásem 18 potom prochází deacetylační solnou lázní 22. Tato lázeň obsahuje koncentrovaný solný roztok s vysokou hodnotou pH. Pro zvýšení hodnoty pH je výhodná koncentrace lázně 26% roztoku NaCl s 0,5% NaOH. Vysoká hodnota pH způsobí

deacetylaci konjaku a koncentrovaný solný roztok omezuje opětné absorbování vody gelem.

V solné lázni 22 se neupravená fólie rehydratuje a konjak se deacetyluje a stává se nerozpustný, takže produkt vytlačování nyní vytváří rehydratovanou fólii 24, obsahující sůl a nerozpustnou ve vodě, na podpěrném dopravním pásu 18. V této lázni 22 se také z fólie vymývá část glycerinu, který byl přidán v reaktoru 14.

Fólie 24, obsahující sůl, přepravovaná podpěrným dopravním pásem 18 potom prochází druhou sušičkou 26, která vysuší fólii a dokončí její upravování a vytváří suchou fólii 28, obsahující sůl. Suchá fólie 28, obsahující sůl, přepravovaná podpěrným dopravním pásem 18 následně prochází promývací kádí 30, kde se z fólie vymývá sůl, a potom fólie prochází nádrží 32, s obsahem vodného plastifikátoru, jako je 5% roztok glycerinu. Po opuštění nádrže 32, vznikne nyní rehydratovaná a plastifikovaná fólie 34, která se sejme z podpěrného dopravního pásu 18. Fólie se nyní potřetí suší ve třetí sušičce 36, která sníží celkový obsah vlhkosti na 5 až 12 % její celkové hmotnosti. Upravená, plastifikovaná fólie, označená vztahovou značkou 38 se potom navíjí na navíjecí buben 40 pro použití nebo další zpracování, například pomocí potisku, ozáření, povlakování a převáděním do jednotlivých vrstev nebo trubic.

V jednom příkladu použití, jak již bylo popsáno, sestává prášková polymerní směs ze 6,72 dílů konjaku, 4,48 dílů agaru a 2,8 dílu želatiny. Tyto polymery se mísí za sucha a prosévají se za stálého míchání do vody, která se ohřívá po dobu jedné hodiny na 100° C, ke zpracování za varu pod zpětným chladičem (reflux). Pro usnadnění míchání a rozpouštěné prášku se přidává glycerin. Pomocí míchadla v reaktoru se vytváří těstovitá pasta s obsahem 14 % tuhých látek a tento materiál se vytlačuje. Vytlačovaný materiál se suší, až se dosáhne obsahu tuhých látek a glycerinu až asi 79 %. Materiál se potom vystaví působení solného roztoku, kterým se deacetyluje konjaková mouka, rehydratuje se vytlačovaný materiál a vymývá se glycerin. Deacetylovaný materiál, obsahující sůl z lázně se solným roztokem, se podruhé suší tak, že se obsah tuhých složek zvýší asi na 94 %, přičemž poměr

polymeru k soli ve vysušeném materiálu je asi 63 : 37. Při druhém promývání se odstraní sůl. Výsledná fólie, bez obsahu soli a glycerinu se potom plastifikuje spojením s 5% roztokem glycerinu a potřetí se suší a vytváří se fólie, sestávající asi z 59 % hmotnostních tuhých složek, 35 % hmotnostních glycerinu a 6 % vody, kde tuhé složky jsou tvořeny konjakem, agarem a želatinou v poměru asi 48 : 32 : 20.

Ke stanovení různých parametrů tohoto vynálezu byly provedeny testy. Způsob testování použitý k přípravě fólií, byl podobný jako popsaný způsob výroby. Způsob však byl modifikován, jak bude dále popsáno, pro přizpůsobení laboratorním měřítkům.

Testovací materiál obsahoval konjakovou mouku GP312, dodávanou společností FMC Corporation pod označením NUTRICOL®. Ve výrobně obchodní dokumentaci je materiál GP312 označen pro všobecný účel jako gelovací kombinace konjaku a karagénu. Jak bylo ověřeno, karagén tvoří minoritní složku ke zlepšení rheologie roztoků konjaku a jinak nepřispívá k fyzikálním vlastnostem fólie podle tohoto vynálezu. Použitý agar pod označením CAS#9002-18-0 byl získán od firmy Colony Industries. Byly použity různé želatiny, zahrnující želatiny pod označením Knox gelatin, Leiner Davis type 250B a IPC Protein Colloid Ag 4380. Posledně jmenovaný materiál není určen jako potravina, a používá se pouze k laboratornímu testování. Želatina Ag 4380 je označena výrobcem jako kolagenový proteinový hydrolyzát, který je rozpustný ve vodě.

V laboratorních testech byla směs přivedena do kádinky umístěné pro ohřev v olejové lázni. Obecný postup pro vytváření testovací fólie byl následující:

1. Mísí se tři polymery za sucha.
2. Přidá se voda do kádinky a předehřívá se olejová lázeň na 45 ° C.
3. Spustí se míchadlo, prosévá se polymerní směs do krajní části víru a přikryje se fólií k minimalizování odpařování.
4. Teplota v lázni se zvýší na 112 ° C a směs se uvede do varu asi za 15minut. Var pokračuje asi 30 minut pro dosažení úplného rozpuštění.
5. Přidá se glycerin a pokračuje se v míchání dalších 5 minut.
6. Provede se vzorkování dávky pro stanovení její viskozity. Testuje se

viskozita vzorku podle Brookfielda s vřetenem č.4 při 6 ppm. Cílová viskozita je asi 35 až 50 M cps při 85 až 90 ° C.

7. Výsledná pastová směs se rychle ručně odlévá jako fólie o tloušťce asi 1,4 mm, před svým dostatečným ochlazením na gel.
8. Pasta se ochladí na gel a potom se umístí na vyšívací rám o průměru 7,6 až 10,2 cm.
9. Gel se suší při 65 ° C po dobu asi 30 až 33 minut na cílovou vlhkost asi 3 až 6 % celkové hmotnosti pro vytvoření neupravené fólie.
10. Neupravená fólie se ponoří do upravovací lázně roztoku 26% NaCl a 0,5% NaOH na 30 sekund a znovu se suší dalších 3 až 5 minut při 65 ° C pro vytvoření upravené fólie, obsahující sůl.
11. Fólie obsahující sůl se promývá v teplé vodě pro vymytí soli.
12. Promytá fólie se ponoří do 2,5% roztoku glycerinu na dobu 5 minut a znovu se suší na cílovou vlhkost asi 6 % celkové hmotnosti.

Takto připravená fólie se testuje na pevnost v tahu a na poměrné prodloužení při přetržení, jak suchá, tak znovu navlhčená. Vzorky pro testování za sucha na pevnost v tahu a na poměrné prodloužení při přetržení se vyrovnají v prostředí s 50% relativní vlhkostí a ihned se testují. Vzorky se také testují a znovu se navlhčí po ponoření do vody po dobu 30 minut. Testovací vzorky se stříhají na rozměr 25,4 mm šířka na 75 mm délky a testují se v trhacím stroji Instron, jehož čelisti jsou vzdálené od sebe 25,4 mm, a rychlost jeho křížové hlavy je 50,8 mm/min.

Pro účely nahrazení kolagenu by měla být pevnost v tahu za mokra alespoň 0,6 kg/mm^2 nebo raději 0,7 kg/mm^2 nebo ještě lepší. Poměrné prodloužení při přetržení by mělo být zejména alespoň 55 % nebo ještě lepší, když mají být pevnost v tahu a poměrné prodloužení při přetržení srovnatelné s kolagenovou fólií.

Byla provedena série laboratorních testů s použitím právě popsaného postupu pro stanovení účinků tohoto ternárního systému, s použitím různých množství polymerů konjaku, agaru a želatiny. Výsledky jsou uvedeny v Tabulce I.

TABULKA I

VLASTNOSTI TŘÍSLOŽKOVÉ FÓLIE

	hmotnost směsi (g/m²)					celková visk.	mils = tisícina palce					
							50% rel.vlhkosti			znovu navlhčená		
vzorek* č.	konjak	agar	želatina	celk. % tuh.látek	směsi (95° C)	mils	kg/mm²	% prodl.	mils	kg/mm²	% prodl.
K/A/G control											
K/A/Ž zkouška	1,8	1,2	0	3	33500	0,7	12,1	36	1,2	0,35	92
58.7/39.3/2 1	1,76	1,18	0,06	3	27000	0,8	8,8	26	1,2	0,23	47
54/36/10 2	1,62	1,08	0,3	3	23000	0,8	6,7	18	1,2	0,34	110
48/32/20 3	1,44	0,96	0,6	3	17000	0,8	6,4	16	1,2	0,37	137
42,5/42,5/15 4	1,28	1,28	0,45	3	10700	0,8	12,8	28	1,3	0,39	89
59,5/25,5/15 5	1,79	0,77	0,45	3	24200	0,7	9,9	18	1,2	0,23	50
52,5/22,5/25 6	1,58	0,68	0,75	3	10600	0,7	11,1	17	0,9	0,47	138
48/32/20 7	1,92	1,28	0,8	4	15550	1,0	8,2	18	1,3	0,50	141
48/32/20 8	1,92	1,28	0,8	4	–	0,9	10,9	19	1,3	0,6	118
32/64/40 9	1,44	0,96	1,6	4	12075	1,0	6,6	15	1,3	0,19	0
48/32/20 10	1,92	1,28	0,8	4	58700	0,9	12,7	26	1,1	0,63	98
48/32/20 11	1,92	1,28	0,8	4	28300	0,9	10,3	20	1,10	0,57	125
42,5/42,5/15 12	2,13	2,13	0,75	5	67400	1,1	10,9	27	1,5	0,42	85
37,5/37,5/25 13	1,88	1,88	1,25	5	26700	1,2	11,7	20	1,4	0,54	143

* vzorky 1 až 4 a 7 až 13 hydrolyzovaný kolagen

vzorek 5 želatina Knox

vzorek 6 želatina Leiner Davis

Upravené fólie, jak je znázorněno v Tabulce I, i když jsou samonosné, buď nejsou vhodné nebo jsou vhodné jenom okrajově jako náhrada kolagenu. Je to proto, že pevnost v tahu za mokra i poměrné prodloužení při přetržení jsou společně hluboko pod hodnotami 0,7 kg/ mm^2, resp. 55 % komerčně dostupného kolagenu. Avšak tyto testy právě demonstrují určité trendy. Například přidání želatiny, jako třetí složky, zlepší pevnost v tahu za mokra i poměrné prodloužení fólie a sníží viskozitu roztoku, což je důležité. Přidání želatiny až asi do 10 % nebude mít zřejmě nějaký účinek. Přidání 15 až 25 % želatiny zlepší vlastnosti ternárního polymeru, zatímco 40 % (vzorek 9) sníží pevnost v tahu za mokra až na polovinu nebo více proti vzorkům, které mají méně želatiny. Je také jasné, že když vzrůstá celkový obsah tuhých látek, zlepšují se vlastnosti fólie.

Velké úsilí bylo věnováno zvýšení obsahu tuhých látek, nebylo to však možné, vinou omezených možností strojního zařízení, a zejména potíží při rozpouštění konjaku při používání jednoduché kádinky a míchacího systému. Avšak výměnou za laboratorní mixér Littleford-Day FMC Model 50 Lab se shrnovacím míchacím mechanismem bylo možné zvýšit obsah tuhých látek na 20 %. V Tabulce II jsou udány vlastnosti fólií vyrobených s vyššími koncentracemi tuhých látek.

Dále byly provedeny doplňkové testy s použitím tohoto laboratorního mixéru a obecně postupující podle shora stanoveného postupu. Když byly rozpuštěny suché složky, byl obsah mixéru dopraven do násypky extruderu Doering Twin Screw, který tento materiál předehřátý na 85 až 90 ° C podává do štěrbinové vytlačovací hubice o šířce 20,3 cm a výšce 0,76 až 1,02 mm.

Všechny fólie byly vyráběny s použitím složek konjak : agar : želatina v poměru 48 : 32 : 20 .

TABULKA II

ZVÝŠENÍ KONCENTRACE TUHÝCH LÁTEK

mils = tisícina palce

vzorek č.	celk. % tuh.látek	viskozita	50% rel.vlhkosti			znovu navlhčená		
			mils	kg/mm^2	% prodl.	mils	kg/mm^2	% prodl.
14*	4	11200	1	6,2	39	1,2	0,71	89
15	10	(1)	3	6,5	50	3,5	0,82	74
16	12	(1)	1,3	7,5	29	1,4	1,08	87
17	20	(2)	-	(3)	(3)	14,5	0,07	79

* laboratorně zředěný ze vzorku 15
(1) hladká tlustá pasta
(2) tlustá těstovitá pasta - může být slabě rozpuštěná
(3) příliš křehká na testování

Výsledky testů, jak je znázorněno v Tabulce II, potvrzují, že zvýšení obsahu tuhých látek na 10 % nebo více vytváří samostatnou fólii, jejíž vlastnosti průměrné pevnosti v tahu za mokra (MD + TD) / 2) a poměrného prodloužení při přetržení vyhovují nebo překračují tyto vlastnosti u kolagenu (0,7 kg/ mm^2 a 55 %), jak pro mokré, tak pro suché vzorky. Vzorek 17 s obsahem 20 % tuhých látek měl horší vlastnosti než vzorek 16 s obsahem 12 % tuhých látek. Mohlo to však být způsobeno omezenými možnostmi strojního zařízení, v tom, že tento vzorek nebyl zřejmě úplně rozpuštěn a dodával při vytlačování granulovanou fólii. Odlitý gel a mokrá fólie jsou křehké a měly by být podepřeny dokud nebudou upraveny a vysušeny. V důsledku toho se dává přednost úplnému podepření gelu a mokré folie, až do konečného sušení.

Tyto testy dokazují, že s použitým zařízením se zřejmě může dosáhnout maximálního praktického obsahu tuhých látek pro jedlou ternální fólii podle tohoto vynálezu až asi na 20 %. S lepšími míchacími technikami lze předpokládat, že tato hodnota může být překročena. Asi při 10 % obsahu tuhých látek začíná pevnost

15.02.99

v tahu a poměrné prodloužení při přetržení vyhovovat těmto vlastnostem jako u běžného kolagenu.

Přidání želatiny do směsi konjak : agar v množství asi 10 až 40 % přispívá ke zvýšení pevnosti v tahu této fólie za mokra. Tato pevnost v tahu za mokra je důležitá při používání této fólie v masném průmyslu.

Zatímco fólie je tvořena ternárním systémem, hlavní složkou je směs polysacharidů zahrnující konjakovou mouku (glukomanan). Proto, když želatina tvoří 10 až 40 % směsi, konjak by měl tvořit alespoň 50 % ze zbývajících 60 až 90 % směsi polysacharidů. Například, v každém vzorku, jak je stanoveno v Tabulce I a II, kolísá poměr konjak : agar 50 : 50 až 70 : 30.

Vlastností fólie, jak byly popsány, je dále dosaženo bez vystavení fólie chemických zesíťujícím činidlům. To je důležité, protože mnoho chemických zesíťujích činidel není vyzkoušeno pro přímý styk s potravinami.

Proto by mělo být oceněno, že tento vynález splňuje zamýšlené cíle v tom, že vytváří samostatnou jedlou fólii, která má vlastnosti pevnosti v tahu a poměrného prodloužení při přetržení, které jsou srovnatelné s těmito vlastnostmi u kolagenu.

Tím byl tento vynález podrobně popsán, přičemž to co je nové, bude uvedeno v připojených nárocích.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Samonosná fólie, vyznačující se tím, že sestává ze směsi nerozpustné ve vodě, a tvořené konjakovou moukou, agarem a želatinou, přičemž tato fólie dále obsahuje polyolový plastifikátor a vodu.

2. Fólie podle nároku 1, vyznačující se tím, že sestává ze 40 až 70 % uvedené směsi nerozpustné ve vodě, ze 20 až 40 % polyolového plastifikátoru a z 5 až 12 % vody

3. Fólie podle nároku 1, vyznačující se tím, že uvedená směs nerozpustná ve vodě sestává ze

a) 42,5 až 60 % hmotnostních konjakové mouky,

b) 22 až 42,5 % hmotnostních agaru a

c) 15 až 25 % hmotnostních želatiny.

4. Fólie podle nároku 3, vyznačující se tím, že poměr konjaku k agaru je 50 : 50 až 70 : 30.

5. Fólie podle nároku 1, vyznačující se tím, že konjak v této fólii je deacetylován.

6. Fólie podle nároku 1, vyznačující se tím, že poměr konjaku k agaru a želatině je 48 : 32 : 20.

7. Fólie podle nároku 1, vyznačující se tím, že průměrná pevnost v tahu u znovu navlhčené fólie ve strojním směru (MD) a v příčném směru (TD), vyjádřená jako (MD+TD)/2, je alespoň 0,7 kg/mm^2.

8. Fólie podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že poměrné prodloužení při přetržení u znovu navlhčené fólie je alespoň 55 %.

9. Samonosná jedlá fólie, nerozpustná ve vodě, jejíž obsah pevných látek sestává z ternární směsi konjakové mouky, agaru a želatiny, v y z n a č u j í c í s e t í m, že želatina tvoří alespoň 10 % hmotnostních této ternární směsi a konjak tvoří alespoň 50 % hmotnostních celkového množství konjaku a agaru, přičemž tato fólie obsahuje až 40 % polyolového plastifikátoru a 5 až 12 % vody, přičemž průměrná pevnost v tahu u znovu navlhčené fólie ve strojním směru a v příčném směru je alespoň 0,7 kg/mm^2.

10. Fólie podle nároku 9, v y z n a č u j í c í s e t í m, že tato ternární směs sestává ze 42,5 až 60 % hmotnostních konjakové mouky, z 22 až 42,5 % hmotnostních agaru a z 15 až 25 % hmotnostních želatiny.

11. Způsob výroby samonosné fólie, nerozpustné ve vodě, v y z n a č u j í c í s e t í m, že

a) se nejdříve smíchá za sucha konjaková mouka, agar a želatina,

b) potom se směs rozpustí ve vodě, za varu pod zpětným chladičem, a připraví se pasta,

c) dále se pasta odlévá jako tenká vrstva,

d) dále se tato vrstva suší a vytvoří se neupravená fólie,

e) dále se neupravená fólie spojí s nasyceným solným roztokem o hodnotě pH jiné než neutrální, kde se deacetyluje konjaková mouka a vytváří se rehydratovaná fólie nerozpustná ve vodě a obsahující sůl,

f) dále se fólie nerozpustná ve vodě a obsahující sůl suší.

g) dále se fólie nerozpustná ve vodě promývá a vytváří se fólie bez obsahu soli,

h) dále se fólie bez obsahu soli plastifikuje a

i) nakonec se fólie bez obsahu soli suší a vytváří se samostatná fólie obsahující ve vodě nerozpustnou směs konjaku, agaru a želatiny, 20 až 40 % hmotnostních plastifikátoru a 5 až 12 % hmotnostních vody.

12. Způsob podle nároku 11, v y z n a č u j í c í s e t í m, že mícháním za sucha se spojí 42,5 až 60 % hmotnostních konjakové mouky, 22 až 42,5 % hmotnostních agaru a 15 až 25 % hmotnostních želatiny.

13. Způsob podle nároku 12, v y z n a č u j í c í s e t í m, že uvedená pasta má obsah tuhých látek 3 až 20 % hmotnostních.

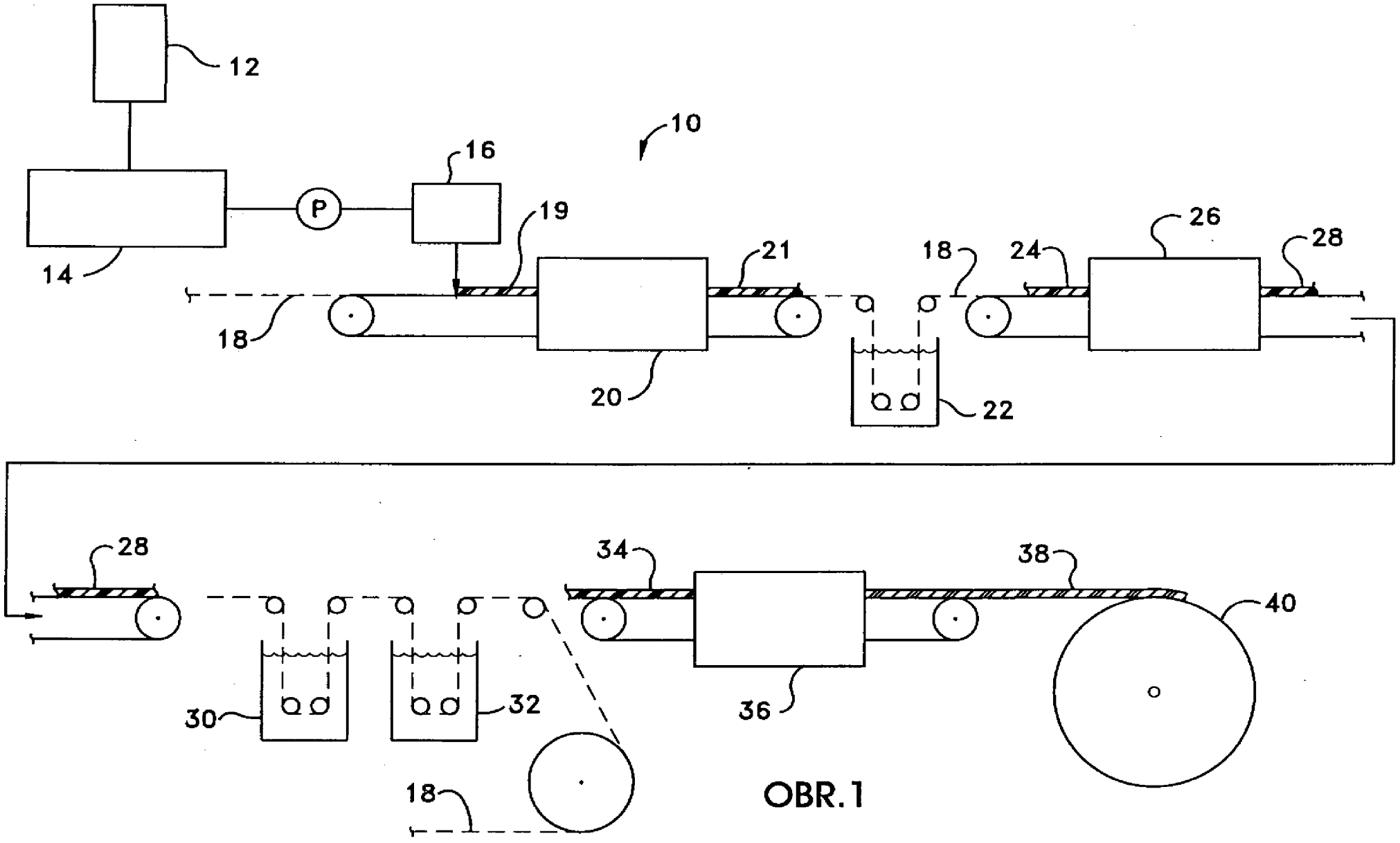
14. Způsob podle nároku 12, v y z n a č u j í c í s e t í m, že uvedená pasta má obsah tuhých látek 10 až 20 % hmotnostních.

15. Způsob podle nároku 12, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se při sušení vrstvy z pasty se snižuje její obsah vlhkosti pod 7 % hmotnostních.

16. Způsob podle nároku 12, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se konjak, agar a želatina míchá za sucha v poměru 48 : 32 : 20.

17. Způsob podle nároku 11, v y z n a č u j í c í s e t í m, že solný rotok je nasycený roztok NaCl s vysokou hodnotou pH.

18. Způsob podle nároku 17, v y z n a č u j í c í s e t í m, že solný rotok obsahuje 26 % hmotnostních NaCl a 0,5 % hmotnostních NaOH.



OBR.1