



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0309894-0 B1



(22) Data do Depósito: 14/05/2003

(45) Data de Concessão: 21/05/2019

(54) Título: COMPOSIÇÃO, PROCESSO PARA PREPARAR UMA COMPOSIÇÃO DE CELULOSE MICROCRISTALINA, PRODUTO ALIMENTÍCIO, COMPOSIÇÃO FARMACÊUTICA, COMPOSIÇÃO COSMÉTICA, FORMA DE DOSAGEM FARMACÊUTICA, E, COMPOSIÇÃO INDUSTRIAL

(51) Int.Cl.: A23L 29/20; A23G 1/56; A23G 3/34; A23L 2/52; A23L 21/10; (...).

(30) Prioridade Unionista: 14/05/2002 US 60/380398.

(73) Titular(es): DUPONT NUTRITION USA, INC..

(72) Inventor(es): DOMINGO C. TUASON; JOSE AMUNDARAIN; GREGORY R. KRAWCZYK; EDWARD SELINGER; WILLIAM R. BLAKEMORE; JAMES J. MODLISZEWSKI; JOSEPH LEE; FRANK MESSICK.

(86) Pedido PCT: PCT US2003015146 de 14/05/2003

(87) Publicação PCT: WO 2003/096976 de 27/11/2003

(85) Data do Início da Fase Nacional: 09/11/2004

(57) Resumo: "COMPOSIÇÃO, PROCESSO PARA PREPARAR UMA COMPOSIÇÃO DE CELULOSE MICROCRISTALINA, PRODUTO ALIMENTÍCIO, COMPOSIÇÃO FARMACÊUTICA, COMPOSIÇÃO COSMÉTICA, FORMA DE DOSAGEM FARMACÊUTICA, E, COMPOSIÇÃO INDUSTRIAL". São descritas composições de celulose microcristalina ultrafina, que compreendem celulose microcristalina co-atritada e um hidrocolóide. As composições têm um tamanho médio de partícula menor do que 10 micros. As composições são preparadas submetendo-se uma mistura de alto teor de sólidos de celulose microcristalina e um hidrocolóide a elevadas forças de cisalhamento, na presença de um agente anti-deslizamento, preferivelmente uma solução aquosa de um sal inorgânico. As composições são especialmente úteis em aplicações farmacêuticas, cosméticas e industriais.

“COMPOSIÇÃO, PROCESSO PARA PREPARAR UMA COMPOSIÇÃO DE CELULOSE MICROCRISTALINA, PRODUTO ALIMENTÍCIO, COMPOSIÇÃO FARMACÊUTICA, COMPOSIÇÃO COSMÉTICA, FORMA DE DOSAGEM FARMACÊUTICA, E, COMPOSIÇÃO INDUSTRIAL”

[0001] A presente invenção refere-se a composições de celulose microcristalina, a um processo para sua manufatura, e a produtos contendo as mesmas. Mais particularmente, a invenção refere-se a composições de celulose microcristalina particuladas, tendo um tamanho médio de partícula menor do que cerca de 10 micros e compreendendo celulose microcristalina intimamente ligada e pelo menos um hidrocolóide. As composições são preparadas aplicando-se uma força de cisalhamento a uma mistura de alto teor de sólidos de celulose microcristalina e um hidrocolóide, amassando-se vigorosamente a mistura na presença de um agente anti-deslizamento.

FUNDAMENTOS DA INVENÇÃO

[0002] A celulose microcristalina (MCC) é um pó cristalino branco, inodoro, sem sabor, de fluxo relativamente livre, que é virtualmente livre de contaminantes orgânicos e inorgânicos. É uma celulose purificada, parcialmente despolimerizada, obtida submetendo-se alfa celulose, obtida como uma polpa de material vegetal fibroso, a degradação hidrolítica, tipicamente com ácido mineral. É uma celulose particulada altamente cristalina, consistindo principalmente de agregados cristalinos, que são obtidos removendo-se regiões amorfas (celulose fibrosa) de um material celulósico. A MCC é usada em uma variedade de aplicações, incluindo alimentos, farmacêuticos e cosméticos.

[0003] A celulose microcristalina pode ser produzida tratando-se uma fonte de celulose, preferivelmente alfa celulose na forma de polpa de materiais vegetais fibrosos, com um ácido mineral, preferivelmente ácido clorídrico. O ácido ataca seletivamente as regiões menos ordenadas da cadeia polimérica de celulose, desse modo expondo e liberando os sítios cristalinos, que formam agregados de cristalito, que constituem a celulose microcristalina. Estes são então separados da mistura de reação e lavados para remover subprodutos degradados. A massa úmida resultante,

geralmente contendo 40 a 60 por cento de umidade, é referida na técnica por diversos nomes, incluindo celulose hidrolisada, torta úmida de celulose hidrolisada, celulose DP de nivelção, torta úmida de celulose microcristalina ou simplesmente torta úmida.

[0004] Quando a torta úmida é secada e liberada da água, o produto resultante, celulose microcristalina, é um pó branco, inodoro, sem gosto e de fluxo relativamente livre, insolúvel em água, solventes orgânicos, álcalis e ácidos diluídos. Para uma descrição da celulose microcristalina e sua manufatura, vide a Patente U.S. 2.978.446. A patente descreve seu uso como um excipiente farmacêutico, particularmente como um aglutinante, desintegrante, auxiliar de fluxo e/ou carga, para preparação de tabletes farmacêuticos comprimidos.

[0005] A celulose microcristalina e/ou torta úmida de celulose hidrolisada tem sido modificada para outros usos, notavelmente para uso como um agente de geleificação para produtos alimentícios, um espessante para produtos alimentícios, uma carga substituta de gordura e/ou não-calórica para vários produtos alimentícios, como um estabilizador de suspensão e/ou texturizador para produtos alimentícios e como um estabilizador de emulsão e agente de suspensão em loções e cremes farmacêuticos e cosméticos. Modificação para tais usos é realizada submetendo-se a celulose microcristalina ou torta úmida a intensas forças de atrito, como resultado do que os cristalitos são substancialmente subdivididos para produzir partículas finamente divididas. Entretanto, quando o tamanho da partícula é diminuído, as partículas individuais tendem a aglomerar-se ou cornificar na secagem, provavelmente devido ao hidrogênio ou outras forças de ligação entre as partículas de tamanhos menores. Para evitar aglomeração ou cornificação, um colóide protetor, tal como carbóxi-metilcelulose sódica (CMC), que total ou parcialmente neutraliza as forças de ligação que causam aglomeração ou cornificação, pode ser adicionado durante o atrito ou em seguida ao atrito, porém antes da secagem. Este aditivo também facilita a redispersão do material em seguida à secagem. O material resultante é freqüentemente referido como celulose microcristalina atritada ou celulose microcristalina coloidal. Para uma descrição da celulose microcristalina

coloidal, sua manufatura e uso, vide Patente U.S. 3.539.365.

[0006] A celulose microcristalina coloidal é um pó branco inodoro, higroscópico. Ao ser dispersa em água, ela forma géis tixotrópicos brancos opacos com partículas de celulose microcristalina menores do que 1 micro de tamanho. É manufaturada e vendida pela FMC Corporation (FMC) em vários graus, sob as designações comerciais, entre outras, Avicel RC e Avicel CL, que compreende celulose microcristalina co-processada e carboximetilcelulose sódica.

[0007] Reconhecendo a inaceitabilidade da CMC em ingredientes alimentícios de certos países bem populosos, McGinley na Patente U.S. 4.263.334 evita o uso de CMC em uma celulose microcristalina coloidal, utilizando uma combinação de aditivos consistindo de um primeiro ingrediente, que é um adoçante de carboidrato, p. ex., sacarose, dextrose ou sólidos de cereais hidrolisados, e um segundo ingrediente que é um hidrocolóide, p. ex., goma guar, goma de alfarroba, goma arábica, alginato sódico, alginato de propileno glicol, carragenina, goma caraia, ou goma de xantano.

[0008] Outro agente estabilizante baseado em MCC é descrito por Tuason e outros na Patente U.S. 5.366.742. Este agente é preparado misturando-se MCC coloidal com alginato de sódio em água e em seguida adicionando-se um sal de cálcio solúvel à lama, em uma quantidade que deposita um complexo de sódio e alginato de cálcio na superfície da MCC, para prover propriedades de revestimento barreira. Após homogeneização, a lama é secada por pulverização. O agente estabilizante resultante pode ser redisperso em água pelo uso de métodos de alto cisalhamento, que parecem romper os retículos de alginato de cálcio, assim permitindo que a dispersão ocorra. Entretanto, a fim de dispersar este agente estabilizante empregando-se agitação mínima, é necessário prover um seqüestrante de cálcio para preferencialmente reagir com o cálcio do complexo de sódio e cálcio, desse modo solubilizando o alginato.

[0009] Nem todos os hidrocolóides, quando co-processados com MCC de acordo com os processos da técnica anterior, provêm efetivas propriedades de revestimento barreira ao pó secado por pulverização que é produzido. Na Patente U.S. 5.192.569,

McGinley e outros descreve o co-processamento da MCC e uma goma de galactomanano, p. ex., goma de alfarroba ou guar. Antes da secagem por pulverização, a MCC é atritada e é, portanto, coloidal. Entretanto, o produto floculado é reivindicado como sendo constituído de partículas esféricas variando de tamanho de 0,1 a 100 micros. No Exemplo 1, por exemplo, o pó secado por pulverização tem uma faixa de tamanho de partícula de 5-70 micros. A reconstituição ou reidratação deste material co-processado requer condições de elevado cisalhamento. Nas composições tendo 15 % em peso ou mais da goma de galactomanana, dispersão de elevado cisalhamento do material secado por pulverização resulta em partículas fibrosas. Os agregados esféricos ou o material fibroso são particularmente eficazes em prover propriedades semelhantes a gordura aos produtos alimentícios.

[0010] A U.S. 6.391.368 (Tuason e outros) descreve uma composição compreendendo torta úmida microcristalina coloidal, que é co-processada com iota carragenina e secada. A composição é preparada pelo seguinte processo:

- (a) submetendo-se somente a celulose hidrolisada a atrito, para produzir celulose microcristalina coloidal.
- (b) dispersando-se a dita celulose microcristalina coloidal em água aquecida a uma temperatura acima da temperatura de solubilidade da iota carragenina seca, a ser co-processada com dita celulose microcristalina coloidal;
- (c) adicionando-se a iota carragenina seca à dispersão aquecida da celulose microcristalina coloidal e misturando-se os componentes, criando-se uma lama;
- (d) homogeneizando-se dita lama; e
- (e) secando-se dita lama para produzir um pó co-processado.

[0011] A U.S. 6.037.380 (Venables e outros) descreve uma composição compreendendo celulose microcristalina, um auxiliar de atrito relativamente insolúvel em água e, opcionalmente, um colóide protetor. As composições são preparadas pelo seguinte processo:

- (a) misturando-se entre si celulose microcristalina não-atritada, um agente de atrito que seja relativamente insolúvel em água e, opcionalmente, um colóide protetor;
- (b) submetendo-se a mistura a moagem úmida de alto cisalhamento por um tempo e sob forças de cisalhamento suficientes para reduzir o tamanho das partículas da celulose microcristalina e
- (c) recuperando-se a composição de celulose microcristalina ultra fina resultante.

[0012] A US 6.117.474 (Kamada e outros) descreve uma composição contendo uma fina celulose e um material de cálcio insolúvel em água. As composições são preparadas co-moendo-se uma suspensão aquosa de partículas de celulose e partículas de cálcio. Uma goma solúvel em água e/ou substância hidrofílica podem ser incorporados a fim de impedir a reagregação da celulose fina e do material de cálcio insolúvel em água na secagem.

[0013] A US 6.270.830 (Kamada e outros) descreve um estabilizador para produtos de carne compreendendo celulose fina e um agente de geleificação. O estabilizador pode conter um sal de potássio ou cálcio, tal como carbonato de cálcio insolúvel, para controlar a geleificação.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

[0014] De acordo com a presente invenção, foi verificado agora um método para preparar uma composição de celulose microcristalina coloidal/hidrocolóide, em que o hidrocolóide tem uma distribuição heterogênea de ligações e é mais intimamente misturada com e estreitamente ligada à celulose microcristalina do que foi anteriormente possível. Este resultado é realizado cisalhando-se uma mistura de alto teor de sólidos da celulose microcristalina e do hidrocolóide, amassando-se vigorosamente na presença de um agente anti-deslizamento.

[0015] A composição desta invenção pode ser o sólido de celulose microcristalina/hidrocolóide atritado úmido, recuperado pelo processo de amassamento; ou pode ser seu resíduo secado, preparado removendo-se a

umidade do sólido úmido, o último sendo preferido para armazenagem, embarque e subsequente uso no preparo de dispersões baseadas em celulose microcristalina. As composições têm um tamanho médio de partícula, quando medidas como descrito abaixo, de menos do que cerca de 10 micros.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

[0016] De acordo com a presente invenção, são providas composições aperfeiçoadas, compreendendo celulose microcristalina e um hidrocolóide. As composições são preparadas (a) combinando-se torta úmida de celulose microcristalina, um hidrocolóide e um agente anti-deslizamento, antes do intumescimento uniforme do hidrocolóide e (b) cisalhando-se a combinação.

[0017] As composições resultantes são caracterizadas por um tamanho médio de partícula menor do que foi anteriormente obtenível em composições MCC/hidrocolóide e uma única distribuição de tamanho de partícula, dependendo do(s) hidrocolóide(s) empregado(s).

[0018] O Hidrocolóide

[0019] Qualquer hidrocolóide que transmita uma aumentada carga de superfície, quando usado em combinação com celulose microcristalina, para produzir celulose microcristalina coloidal, em comparação com a celulose microcristalina coloidal somente, pode ser empregado nas composições da presente invenção. Estes hidrocolóides incluem: polissacarídeos de alga marinha, tais como carragenina, ágar, furcellarano, alginato e derivados de alginato, tais como alginato de propileno glicol e sais monovalentes de alginatos, tais como os sais de potássio e de sódio, gomas de vegetais, incluindo galactomananas tais como guar, goma de alfarroba e tara; guar carboximetílico, goma de alfarroba carboximetílica; glicomananas tais como konjac; semente de tamarindo; polissacarídeo; pectina, caraia, acácia; tragacanto; polissacarídeos bacterianos, tais como xantano e pululano; gelano e welano; gomas de celulose; éteres de alquil celulose, incluindo hidroxipropilmetilcelulose, hidroxietil celulose, hidroximetil celulose e hidroxipropil celulose; e suas misturas. As carrageninas podem incluir um, capa, capa-2, nu, iota, lambda, teta e suas misturas. A carragenina pode ser processada sem, com baixos ou altos níveis de álcali. A

carragenina pode incluir graus refinados, semi-refinados ou não refinados e suas misturas. Hidrocolóides preferidos incluem alginatos e carrageninas. Destes, iota carragenina e alginato de sódio são especialmente preferidos. Misturas de hidrocolóides podem ser empregadas, particularmente misturas de iota carragenina ou alginato de sódio e uma parte pequena de outros hidrocolóides, tais como xantano ou substâncias pécticas, contanto que o agente anti-deslizamento possa interagir suficientemente para retardar a hidratação de mistura hidrocolóide, na presença da torta úmida de celulose microcristalina, para possibilitar suficiente transferência de energia mecânica sob cisalhamento, para produzir MCC coloidal/hidrocolóide co-atritado.

[0020] Resultados preferidos são conseguidos com hidrocolóides naturais. Como aqui usado, "natural" significa presente na ou produzido pela natureza e inclui hidrocolóides recuperados de uma fonte biológica, tal como plantas ou bactérias ou fermentação microbiana.

[0021] A Celulose Microcristalina

[0022] Qualquer celulose microcristalina pode ser empregada nas composições da presente invenção. Cargas de alimentação adequadas incluem, por exemplo, polpa de madeira tal como sulfito branqueado e polpas de sulfato, com cascas, bagaço, palha, algodão, línteres de algodão, linho, pelo áspero de lã, rami, celulose fermentada etc.

[0023] As quantidades de celulose microcristalina e hidrocolóide pode ser variada em uma larga faixa, dependendo das propriedades desejadas na composição final. Para a maioria das aplicações, a relação deve ser igual a de 50/50 a 90/10, mais preferivelmente de 70/30 a 85/15 partes em peso.

[0024] Agente Anti-Deslizamento

[0025] O agente anti-deslizamento é um material não-lubrificante, que funciona em combinação com o hidrocolóide. O agente anti-deslizamento é empregado em uma quantidade suficiente para reduzir o deslizamento da mistura de produto nas zonas de trabalho do equipamento durante o processamento, isto é, entre os elementos de parafuso rotativos, bem como entre os elementos de parafuso de

extrusor e o próprio tambor do extrusor de um extrusor de dois parafusos, durante processamento mecânico da mistura.

[0026] Para uso na presente invenção, o agente anti-deslizamento pode ser qualquer sal inorgânico que seja essencialmente e completamente solúvel em água. Os sais inorgânicos solúveis em água, que podem ser usados, incluem, por exemplo, cloreto e sódio, cloreto de potássio, cloreto de cálcio, lactato de cálcio, tartarato de cálcio, citrato de cálcio, monofosfato de cálcio e cloreto de magnésio. Destes, os sais divalentes são preferidos. O cloreto de cálcio é especialmente preferido.

[0027] A quantidade de sal inorgânico depende da valência do sal e do hidrocolóide envolvido. A quantidade mínima é aquela que é suficiente para produzir um ambiente não-eskorregadio, com suficiente fricção para transformar os agregados MCC em uma forma coloidal. Se demasiado sal for usado, isto resulta em demasiada fricção, aumentando a temperatura, desse modo resultando em degradação do hidrocolóide. Em geral, uma quantidade de cerca de 0,8% a cerca de 3,0 % em peso, com base no peso total de sólidos, pode ser usada. Em um ambiente que utiliza alginato de sódio como o hidrocolóide e cloreto de cálcio como o sal inorgânico, a quantidade de sal de cloreto de cálcio adicionada situa-se dentro da faixa de 0,8% a 2,0% em peso, preferivelmente 1,0% a 1,5% para uma relação em peso de 85:15 de celulose microcristalina para alginato. Em outra versão que utilize iota carragenina como o hidrocolóide e cloreto de cálcio como o sal inorgânico, o sal cloreto de cálcio adicionado situa-se dentro da faixa de 1,0% a 3,0 % em peso, preferivelmente 2,0 a 2,5 % para uma relação de 85:15 de celulose microcristalina para carragenina.

[0028] Alguma quantidade de sal geralmente permanece na composição final. Quando um sal divalente, tal como cálcio, é usado, a quantidade de cátion divalente, CA^{++} é de cerca de 0,18 a 3,5%, com base no peso total da composição em pó. Esta inclui qualquer quantidade de íons de cálcio associada com o hidrocolóide empregado e pode, portanto, ser mais elevada do que a quantidade de íons do agente anti-deslizamento empregado no processo. A quantidade de cátion presente

é determinada pelo método de teste de absorção atômica, descrito abaixo.

[0029] Processo

[0030] Em uma versão, o processo da presente invenção utiliza como material de partida uma torta úmida de celulose microcristalina hidrolisada, que, como indicado acima, contém 40 - 60 % em peso de água. O hidrocolóide na forma de um pó seco é adicionado à torta úmida com mistura. Somente uma quantidade limitada de água é disponível para umedecer e intumescer o pó hidrocolóide dentro da mistura de alto teor de sólidos da torta úmida de celulose microcristalina e pó hidrocolóide adicionado. Após o hidrocolóide começar a hidratar - isto é, começar a umedecer e dilatar, uma solução do sal inorgânico é adicionada. É um importante aspecto da presente invenção que a adição de sal ocorra antes do umedecimento e dilatação uniformes do pó hidrocolóide. Entretanto, a ordem de adição dos componentes não é rigorosamente crítica e é possível, por exemplo, adicionar a solução de sal inorgânico à MCC antes da adição do hidrocolóide. Num ou noutro caso, a combinação resultante é então submetida a uma força de cisalhamento (tal como em um extrusor de dois parafusos), para vigorosamente amassar a mistura e cominuir os agregados de celulose microcristalina. Como aqui usado, força de cisalhamento refere-se a uma ação resultante de força aplicada que causa ou tende a fazer com que duas partes contíguas de uma mistura deslizem em relação entre si, em uma direção geralmente paralela ao plano de contato. Quando sal suficiente tiver sido adicionado, a mistura de celulose microcristalina hidrocolóide não mas responde em uma maneira escorregadia, porém é capaz de transferir a força de cisalhamento aplicada à mistura como energia mecânica, para cominuir os agregados de celulose microcristalina. O grau de força aplicada deve ser suficiente para forçar a associação entre as partículas de celulose microcristalina e o hidrocolóide.

[0031] Se sal insuficiente for adicionado, a mistura permanece escorregadia e a força de cisalhamento é principalmente dissipada como energia mecânica pela ação deslizante, em vez de transferida para cominuir os agregados de celulose microcristalina. Se demasiado sal for adicionado, a resistência ao cisalhamento é muito alta e o hidrocolóide da mistura é submetido a degradação devido ao

aquecimento localizado.

[0032] O material cisalhado resultante é disperso em água, homogeneizado e secado por pulverização, para produzir a composição final da presente invenção.

[0033] Muitíssimo convenientemente, a presente invenção utiliza como um dos materiais de partida uma torta úmida de celulose hidrolisada (isto é, a massa não secada, produzida quando uma fonte de celulose, preferivelmente alfa celulose na forma de polpa de materiais vegetais fibrosos, foi tratada com um ácido mineral e em seguida lavada para remover o ácido e subprodutos), geralmente contendo cerca de 40 a cerca de 60 por cento de umidade, a que o um hidrocolóide é adicionado. Um agente anti-deslizamento, tal como uma solução aquosa de um sal solúvel, é adicionado à mistura da torta úmida de celulose microcristalina e hidrocolóide, antes do hidrocolóide ter tido oportunidade de dilatar-se uniformemente. A mistura de partículas de hidrocolóide e celulose microcristalina parcialmente hidratadas é então submetida a cisalhamento de alto teor de sólidos, em que o hidrocolóide parcialmente dilatado facilita o atrito da celulose microcristalina, para prover partículas coloidais. Se o hidrocolóide fosse permitido dilatar uniformemente antes do cisalhamento, o hidrocolóide dilatado seria demasiado escorregadio para ser processado e haveria insuficiente transferência de energia durante o cisalhamento, para prover as necessárias forças de abrasão de partícula-com-partícula, requeridas para reduzir as partículas microcristalinas a um tamanho submicrômico consistente, durante a etapa de atrito. Na preparação da mistura úmida, o teor de umidade pode ser ajustado como desejado, para produzir a desejada consistência para atrito da mistura e ajustado como necessário durante o atrito, para manter a desejada consistência. Em uma versão preferida, a umidade presente na torta úmida é geralmente suficiente. O uso de água em excesso é para ser evitado, visto que tenderá a reduzir as forças de abrasão de partícula-com-partícula, que é necessária para reduzir as partículas de celulose microcristalina a um tamanho submicrômico consistente.

[0034] A mistura úmida é então atritada preferivelmente como uma mistura úmida de alto teor de sólidos, sob condições de mistura de alto teor de sólidos de

elevado cisalhamento, em que a celulose microcristalina é moída em partículas com tamanhos submicrômicos ultra-finos que, na dispersão, são coloidalmente estáveis. A estabilidade coloidal é ainda facilitada pela inclusão do hidrocolóide protetor.

[0035] Os hidrocolóides protetores podem realizar uma ou mais de diversas funções. Eles atuam como uma barreira entre e/ou em torno das partículas de celulose microcristalina, presumivelmente ligando-se a ou substituindo-se as forças de ligação de hidrogênio entre elas e, assim, formando uma barreira entre tais partículas para impedi-las de formarem pontas. Em segundo lugar, eles atuam como auxiliares de dispersão, para facilitar a dispersão e reidratação das partículas de celulose microcristalina, em que composições sólidas secas de celulose microcristalina são redispersas. Além disso, eles podem ajudar na suspensão e/ou alteração das propriedades reológicas da suspensão.

[0036] A redução da celulose microcristalina em tamanho de partícula coloidal é preferivelmente realizada por cisalhamento úmido de alto teor de sólidos da mistura de celulose microcristalina, solução salina e colóide protetor. O uso de um extrusor padrão, preferivelmente com múltiplos parafusos, é um meio preferido para reduzir o tamanho de partícula da celulose microcristalina. Outro equipamento padrão pode também ser usado para operações de cisalhamento úmido, tal como misturadores planetários, por exemplo, misturadores Hobart e moinhos de rolo, particularmente aqueles tendo três ou mais rolos. É importante que o equipamento usado forneça ação de alto cisalhamento e proveja intensos atrito e ação abrasiva na celulose microcristalina, por exemplo, forçando a mistura através de passagens de limitada seção transversal, tais como aquelas encontradas nas placas perfuradas de extrusores e vários outros equipamento de mistura, ou outras passagens de limitada folga, tais como entre rolos de moinhos de rolo. O processo de extrusão é preferido por sua facilidade de operação em elevados sólidos, processamento de alta produção e por sua eficácia em produzir partículas muito finas de celulose microcristalina.

[0037] No processo desta invenção, a primeira etapa compreende misturar entre si celulose microcristalina não atritada e o hidrocolóide. O agente anti-deslizamento

é adicionado antes do amassamento de alto cisalhamento. Como indicado acima, é também possível combinar a celulose microcristalina e o agente anti-deslizamento antes da adição do hidrocolóide.

[0038] A mistura úmida é então submetida a amassamento de alto cisalhamento por um tempo e sob forças de cisalhamento suficientes para reduzir a celulose microcristalina a um tamanho de partícula em que cerca de 80% a 100%, vantajosamente cerca de 90% a 100% da celulose microcristalina tem um tamanho de partícula não maior do que 1 micrômetro e é coloidalmente estável quando dispersa em meios aquosos. O hidrocolóide é intimamente ligado à celulose microcristalina.

[0039] A composição de celulose microcristalina atritada úmida, resultante da extrusão ou outro processo de amassamento adequado, pode ser recuperada e em seguida dispersa como um agente estabilizador/de suspensão, para suspensão e dispersão, e/ou pode ser ainda processada, secada e em seguida dispersa para tais usos. As outras etapas de processamento, se utilizadas, podem envolver preparar uma dispersão inicial, homogeneizar a dispersão resultante, secá-la, por exemplo, por secagem por pulverização ou outro meio adequado, todas situando-se dentro da habilidade da técnica.

[0040] Dependendo dos ingredientes de partida e das relações em que eles são empregados, as composições desta invenção compreendem, assim, uma composição de celulose microcristalina atritada ultra-fina, compreendendo um agente anti-deslizamento e partículas de celulose microcristalina, que tenham um tamanho de partícula como descrito acima e um hidrocolóide protetor, em que a relação em peso da celulose microcristalina para colóide protetor situa-se na faixa de cerca de 50:50 a cerca de 90:10, preferivelmente 70:30 a 85:15.

[0041] O produto de celulose microcristalina/hidrocolóide coloidalmente estável, ultra fino, desta invenção, é utilizado em dispersões, emulsões, suspensões e similares, em uma quantidade de cerca de 0,05-15 % em peso, vantajosamente 0,03 a 5 % em peso, preferivelmente de cerca de 1 - 15 % em peso, com base no produto final. Para aplicações em alimentos, 0,05 - 15 % em peso podem ser

adequadamente usados.

[0042] Composição

[0043] Os produtos preparados pelo presente processo diferem daqueles preparados pelos processos da técnica anterior. Quando comparados com os produtos preparados pelos processos das patentes de Kamada e outros e Venables e outros discutidas acima, em que um auxiliar de atrito sólido é usado, os produtos da presente invenção exibem distribuição molecular do sal inorgânico por toda a composição de hidrocolóide/microcristalino, em vez de na forma de finas partículas inorgânicas. A distribuição homogênea do hidrocolóide ligado, intimamente unido com a celulose microcristalina coloidal, provê comportamento reológico único do pó redisperso. Quando comparado com o processo de Tuason e outros, discutido acima, em que os componentes de celulose microcristalina e alginato de sódio pré-atritados são simplesmente combinados em uma lama, de modo que o alginato é uniformemente hidratado quando o sal de metal divalente solúvel é adicionado, em seguida submetidos a elevado cisalhamento, p. ex., em um homogeneizador, e secado para aprisionar as partículas de celulose microcristalina coloidal dentro de uma matriz gel de alginato de cálcio, os produtos da presente invenção exibem tamanho de partícula coloidal mais fino, com polímero de alginato intimamente unido e heterogeneamente ligado, devido ao cisalhamento úmido de elevados sólidos da torta úmida de celulose microcristalina e ao hidrocolóide parcialmente dilatado, na presença do agente anti-deslizamento.

[0044] As composições da presente invenção são "coatritadas", significando que a MCC e o hidrocolóide são combinados antes da aplicação de elevadas forças de cisalhamento à combinação. Elas são caracterizadas por propriedades físicas, não até agora obteníveis.

[0045] Todas as composições contêm pelo menos 70% MCC e têm um tamanho médio de partícula menor do que 10 micros. Como aqui usado, tamanho de partícula refere-se ao valor obtido pelo procedimento de teste descrito abaixo. Composições preferidas têm uma distribuição de tamanho de partícula (repetindo, determinada pelo procedimento de teste descrito abaixo) que depende do(s) hidrocolóide(s)

usado(s). Especificamente,

(i) quando o hidrocolóide é uma carragenina, pelo menos cerca de 50% das partículas têm um tamanho de partícula menor do que cerca de 3,5 micros,

(ii) quando o hidrocolóide é um hidrocolóide que não uma carragenina, pelo menos cerca de 30% das partículas têm um tamanho de partícula menor do que cerca de 3,5 micros e

(iii) quando o hidrocolóide é uma combinação de uma carragenina e outro hidrocolóide, pelo menos cerca de 20% das partículas têm um tamanho de partícula menor do que cerca de 3,5 micros.

[0046] Podem ser usados os produtos da presente invenção em que graus coloidais de MCC são atualmente usados, incluindo bebidas de chocolate replicáveis, enchimentos de padaria estáveis em cozimento em forno, sobremesas congeladas, sistemas de alimentos aerados e molhos de salada. Estes produtos são particularmente adequados para bebidas processadas-UHT, laticínios e não-laticínios, tais como aquelas contendo proteína de soja ou isolado de soja fresco, pó de chocolate e aditivos nutricionais, tais como vitaminas e minerais. Além disso, este novo produto MCC coloidal estende a funcionalidade do produto para abrir novas oportunidades para a MCC coloidal. Novas aplicações do produto são devidas às novas e/ou melhoradas propriedades do produto. Estas incluem as seguintes propriedades: reatividade reduzida com proteínas, melhorada estabilidade no congelamento-descongelamento de produtos de laticeria cultivados com baixo pH., melhorada funcionalidade de suspensão com tolerância de processamento mais ampla em bebidas preparadas UHT, melhorada modificação de textura em produtos cremosos UHT e melhorada estabilidade ao calor em enchimentos de padaria. Devido a sua reduzida reatividade com as proteínas, as composições podem ser usadas em baixos níveis, porém com mais latitude de processamento, uma vez que a faixa de eficácia é mais ampla, de modo que a quantidade não é rigorosamente crítica. Produtos de mistura seca (condimentos instantâneos, molhos, sopas, bebidas de chocolate instantâneas etc.), sistemas de laticínio de baixo pH (coalhada/iogurte, bebidas de iogurte, iogurte congelado estabilizado), produtos

cozidos (enchimentos de torta/pastelaria), bebidas (bebidas aromatizadas cítricas etc.) e produtos rotulados são todos áreas de aplicação. Outros usos são como um agente de dilatação em sistemas de alimentos não-aquosos, p. ex., manteiga de amendoim etc. e em sistemas de alimentos de baixa umidade, como um excipiente para tabletes mastigáveis, ativos de medicamento de mascaração de gosto, tais como APAP, aspirina, ibuprofeno etc., agente de suspensão e agente de liberação controlada de aplicações farmacêuticas. Estes novos produtos coloidais são também adequados para uso como um sistema de suprimento para agentes aromatizantes e ingredientes nutracêuticos de alimentos, aplicações farmacêuticas e agrícolas (incluindo alimentação animal) e como um agente de liberação sustentada de compressão direta. Eles são também úteis em formas de dosagem farmacêutica, tais como tabletes, películas e suspensões. Além disso, eles podem ser usados como espessantes, em espumas, cremes e loções para aplicações de cuidados pessoais (pele, cabelo) e como agentes de suspensão, para uso com pigmentos e cargas em cerâmica, corantes, cosméticos e cuidados orais e em aplicações industriais, tais como cerâmicas, sistemas de suprimento para pesticidas incluindo inseticidas e em outros produtos agrícolas.

[0047] A fim de ilustrar a presente invenção, os seguintes exemplos são dados.

[0048] Nos Exemplos, os seguintes materiais e procedimentos de teste padrão foram usados:

[0049] I. "Tamanho Médio de Partícula" e Distribuição de Tamanho de Partícula

[0050] Uma dispersão foi preparada com um Misturador Waring (série 700), utilizando-se uma tigela de 1000 ml, em uma velocidade de 18000 a 19000 rpm, controlada por um transformador Powerstat, que permite aumento da velocidade do Misturador Waring gradualmente, para evitar salpico.

1. Pesar 16 g ($\pm 0,01$ g) de pó em um barco de pesagem.
2. Pesar 587 ± 1 g de água destilada ou deionizada em uma proveta graduada e vertê-los dentro da tigela de misturador.
3. Lentamente trazer a velocidade do misturador até cerca de 30 volts com o transformador. Adicionar o pó ao centro da água, tomando cuidado para evitar

que ele adira aos lados da tigela.

4. Após a adição do pó, substituir a tampa da tigela e misturar por 15 segundos.

5. Após 15 segundos de mistura, aumentar os volts para 115, tão rapidamente quanto possível e misturar a 115 volts por 2 minutos.

6. Armazenar a dispersão em um frasco Nalgene de 500 ml.

[0051] O tamanho médio de partícula e a distribuição de tamanho de partícula foram medidos utilizando-se um analisador de distribuição de tamanho de partícula de dispersão de luz estática Horiba LA-910 (disponível na Horiba Instruments, Inc., Irvine, Calif.).

[0052] II. Teor de Ca^{++} e cloreto de cálcio - medido pelo seguinte Método de Teste de Absorção Atômica de Chama de Cálcio:

[0053] Procedimento:

[0054] A. Preparação Padrão/Modelo

1. Preparar uma solução de cloreto de 5% de lantânio como segue:

Pesar precisamente 12,5 g de 7-hidrato de cloreto de lantânio e transferir para dentro de um frasco volumétrico de 250 ml, contendo aproximadamente 100 ml de ácido clorídrico (HCl) 0,1 N. Colocar em um banho ultra-sônico por 10 minutos, remover e permitir esfriar à temperatura ambiente, então encher até o volume com HCl 0,1 N.

2. Preparar um padrão de carga de cálcio 100 ppm como segue:

Transferir 10,0 ml de cálcio padrão de 1.000 ppm comercial (Thermo Orion #922006, VWR #34183-182) em um frasco volumétrico de 100 ml contendo aproximadamente 50 ml de HCl 0,1 N, agitar bem e encher ao volume com HCl a 0,1 N.

3. Preparar 2, 4, 7, 10, 13 e 16 ppm de padrões de cálcio como segue:

Transferir 2, 4, 7, 10, 13 e 16 ml do padrão de carga de cálcio de 100 ppm para dentro de frascos volumétricos de 100 ml rotulados, contendo 10 ml de 5% de solução de cloreto de lantânio e aproximadamente 50 ml de HCl 0,1 N. Sacudir bem e encher até o volume com HCl 0,1 N.

4. Preparar uma solução modelo como segue:

Transferir 10 ml de 5% de solução de cloreto de lantânio para dentro de um frasco volumétrico de 100 ml e encher até o volume com HCl 0,1 N.

[0055] B. Preparação da Amostra:

1. Realizar teste de perda na secagem (LOD) em todas as amostras, para determinar a umidade percentual.

2. Transferir 200 mg de amostra de MCC para dentro de um frasco volumétrico de 100 ml rotulado, com aproximadamente 509 ml de HCl 0,1 N.

3. Colocar em um banho ultra-sônico por 30 minutos, remover e permitir esfriar à temperatura ambiente.

4. Adicionar 10 ml de 5% de solução de cloreto de lantânio e encher até o volume com HCl 0,1 N.

5. Centrifugar a 3500 rpm/5 minutos e transferir o sobrenadante para dentro de um tubo de cultura de 13 x 100 mm.

6. Diluir, quando necessário, com HCl 0,1 N contendo 0,5% de cloreto de lantânio, para obter resultados dentro da faixa de 2 a 16 ppm de cálcio da curva padrão.

[0056] C. Análise:

Instrumento: Espectrômetro de absorção atômica Perkin-Elmer Aanalyst 300

Lâmpada: Cálcio

Comprimento de Onda: 422,8 nm

Medição do Sinal: Média de Tempo

Tipo de Chama: Ar/Acetileno

Fluxo de Oxidante: 10,0 l/min.

Fluxo de Combustível: 3,0 l/min

Largura de Fenda: 0,7

Tempo de Leitura: 5 segundos

Tempo de Retardo: 28 segundos

Calibração: Linear

[0057] D. Cálculo

Peso do cálcio (mg) = ppm cálcio. 100. Fator Diluição/1000

% Cálcio = (peso do cálcio (mg)/peso amostra (mg). (100 - % LOD/100)). 100

% Cloreto de cálcio = % cálcio. (110,98/40,08)

[0058] III. Estabilidade no Cozimento (Calor) - A estabilidade no cozimento foi determinada medindo-se a retenção do formato pelo seguinte procedimento. A retenção do formato é definida como a capacidade de uma preparação de enchimento de fruta reter seu formato e volume iniciais, após ser cozida por um tempo definido em uma dada temperatura. Um volume definido de preparação de enchimento de fruta (aproximadamente 35 g) é colocado em um anel padronizado (3,5 cm), que é colocado em um papel graduado com círculos concêntricos. O enchimento de fruta é cozido por um período de tempo em uma temperatura específicos (usualmente 10 minutos a 204°C) em um forno ventilado. Após o tratamento a quente, o espalhamento do enchimento de fruta é medido. O espalhamento é expresso em uma percentagem [(diâmetro final - diâmetro inicial)/diâmetro inicial x 100].

[0059] EXEMPLO I

[0060] Em um misturador Hobart de 19 l, 1.744,9 g de torta úmida de celulose microcristalina (MCC), com teor de sólidos variando de 38 - 44%, foram misturados com 90,8 g de iota carragenina, para obter-se uma relação de sólidos de MCC para iota carragenina de 90/10 partes em peso. 27,7 g de uma solução a 30% de CaCl_2 foram adicionados e misturados por diversos minutos. A mistura foi passada através de um extrusor de dois parafusos co-rotativos diversas vezes, para cisalhar a mistura e cominuir os agregados microcristalinos. A consistência resultante do extrusado não era escorregadia, desse modo possibilitando que fosse submetido a um elevado perfil de trabalho, que facilitou a formação das partículas de celulose microcristalina coloidais.

[0061] 418,6 g do extrusado de MCC/iota carragenina foram dispersos em 2581,4 g de água destilada a cerca de 71°C. A lama resultante foi passada através de um homogeneizador Manton Gaulin a 176 kg/cm² e secada por pulverização para

formar um pó. A secagem por pulverização foi realizada como segue: A lama homogeneizada foi alimentada a um secador de pulverização Bowen de 3 pés (0,9144 m), utilizando-se uma abertura de 0,1 pol. (0,00254 m) de atomização do bico. A lama foi alimentada ao secador por meio de uma bomba Moyno de alimentação variável, em uma velocidade para prover a desejada temperatura de saída. A temperatura do ar de entrada/saída operacional do secador de pulverização foi de cerca de 195°C/95°C. As condições de secagem por pulverização foram reguladas, dependendo das propriedades de alimentação, tais como viscosidade e características de produto seco resultante e subsequente produção.

[0062] Um pó MCC coloidal dispersível em água, tendo uma distribuição de tamanho de partícula coloidal muito fina, foi obtido. A análise do tamanho de partícula por difração de luz leiser mostrou que o pó tinha um tamanho médio de partícula de 5,33 micros e uma distribuição de tamanho de partícula de 85% das partículas menor do que 3,5 micros. Quando disperso em água deionizada, sua dispersão de 2,6% exibiu uma viscosidade Brookfield inicial de 1100 cps e uma viscosidade de 1150 cps, quando retestado após 24 h.

[0063] EXEMPLO COMPARATIVO I (nenhum agente anti-deslizamento)

[0064] Em um misturador Hobart de 19 l, 1744,9 g de torta úmida de celulose microcristalina (MCC), com teor de sólidos variando de 38 - 44%, foram misturados com 90,8 g de iota carragenina, para obter-se uma relação de sólidos de MCC para iota carragenina de 90/10 partes em peso. A mistura foi passada através de um extrusor de dois parafusos co-rotativo diversas vezes para cisalhar a mistura e cominuir os agregados microcristalinos. A consistência resultante do extrusado era muito escorregadia e, assim, a necessária fricção ou perfil de trabalho do extrusor não foi obtido para mecanicamente desintegrar os agregados MCC, para produzir as partículas coloidais. Avaliação microscópica do extrusado revelou que as partículas MCC eram grandes e não atritadas, desse modo não sendo coloidais.

[0065] EXEMPLO II

[0066] Em um misturador Hobart de 19 l, 1550,5 g de torta úmida de celulose microcristalina (MCC), com teor de sólidos variando de 38 - 44%, foram misturados

com 136,6 g de iota carragenina, para obter-se uma relação de sólidos de MCC para iota carragenina de 85/15 partes em peso. 40 g de uma solução de 30% de CaCl_2 foram adicionados e misturados por diversos minutos. A mistura foi passada através de um extrusor de dois parafusos co-rotativo diversas vezes para cisalhar a mistura e cominuir os agregados microcristalinos. A consistência resultante do extrusado não era escorregadia, desse modo possibilitando que fosse submetido a um elevado perfil de trabalho, que facilitou a formação das partículas de celulose microcristalina coloidal.

[0067] 584,4 g do extrusado de MCC/iota carragenina foram dispersos em 2415,6 g de água destilada a cerca de 71°C. A lama resultante foi passada através de um homogeneizador Manton Gaulin a 176 kg/cm² e secada por pulverização para formar um pó. A secagem por pulverização foi realizada como segue: A lama homogeneizada foi alimentada a um secador de pulverização Bowen de 3 pés (0,9144 m), utilizando-se uma abertura de 0,1 pol. (0,00254 m) de atomização do bico. A lama foi alimentada ao secador por meio de uma bomba Moyno de alimentação variável, em uma taxa para prover a desejada temperatura de saída. A temperatura do ar de entrada/saída operacional do secador de pulverização foi de cerca de 195°C/95°C. As condições de secagem por pulverização foram reguladas, dependendo das propriedades de alimentação, tais como viscosidade e características de produto seco resultante e subsequente produção.

[0068] Um pó MCC coloidal dispersível em água, tendo uma distribuição de tamanho de partícula coloidal muito fina, foi obtido. A análise do tamanho de partícula por difração de luz leiser mostrou que o pó tinha um tamanho médio de partícula de 4,27 micros. Quando disperso em água, sua dispersão de 2,6% exibiu uma viscosidade inicial de 1700 cps e uma viscosidade de instalação de 2450 cps, quando retestado após 24 h, sugerindo uma interação eficaz que é uma boa rede gel, entre a MCC e a iota carragenina.

[0069] Um nível de 0,5% desta celulose microcristalina/iota carragenina de 85/15 forneceu uma suspensão de chocolate estável em uma bebida de chocolate nutracêutica retortável e uma bebida de chocolate baseada em proteína de soja

processada UHT.

[0070] EXEMPLO COMPARATIVO II (insuficiente nível de agente anti-deslizamento)

[0071] Em um misturador Hobart de 19 l, 1539,3 g de torta úmida de celulose microcristalina (MCC), com um teor de sólidos variando de 38-44%, foi misturada com 127,6 g de iota carragenina para obter-se uma relação de sólidos de MCC/iota carragenina de 85/15 partes em peso. 25,0 g de uma solução de 30% de CaCl_2 foram adicionados e misturados por diversos minutos. A mistura foi passada através de um extrusor de dois parafusos co-rotativos diversas vezes, para cisalhar a mistura e cominuir os agregados microcristalinos. A consistência resultante do extrusado era ainda escorregadia e, assim, o necessário perfil de fricção ou trabalho no extrusor não foi obtido para mecanicamente desintegrar os agregados MCC em partículas ultra-finas. Avaliação microscópica do extrusado revelou que as partículas MCC eram grandes e, assim, não atritadas, não sendo coloidais. A quantidade de sal de cálcio adicionado era insuficiente para competir com a carragenina para a água portanto, permitindo que a goma de carragenina se dissolve-se mais.

[0072] EXEMPLO III

[0073] Em um misturador Hobart de 19 l, 1915,5 g de torta úmida de celulose microcristalina (MCC), com teor de sólidos variando de 38 - 44%, foram misturados com 387,1 g de iota carragenina, para obter-se uma relação de sólidos de MCC para iota carragenina de 70/30 partes em peso. 75 g de uma solução de 30% de CaCl_2 foram adicionados e misturados por diversos minutos. A mistura foi passada através de um extrusor de dois parafusos co-rotativo diversas vezes, para cisalhar a mistura e cominuir os agregados microcristalinos. A consistência resultante do extrusado não era escorregadia, desse modo possibilitando que fosse submetido a um elevado perfil de trabalho, que facilitou a formação das partículas de celulose microcristalina coloidal.

[0074] 309,3 g do extrusado de MCC/iota carragenina foram dispersos em 2690,7 g de água destilada a cerca de 71°C. A lama resultante foi passada através de um homogeneizador Manton Gaulin a 176 kg/cm² e secada por pulverização para

formar um pó. A secagem por pulverização foi realizada como segue: A lama homogeneizada foi alimentada a um secador de pulverização Bowen de 3 pés (0,9144 m), utilizando uma abertura de 0,1 pol. (0,00254 m) de atomização do bico. A lama foi alimentada ao secador por meio de uma bomba Moyno de alimentação variável, em uma taxa para prover a desejada temperatura de saída. A temperatura do ar de entrada/saída operacional do secador de pulverização foi de cerca de 195°C/95°C. As condições de secagem por pulverização foram reguladas, dependendo das propriedades de alimentação, tais como viscosidade e características de produto seco resultante e subsequente produção.

[0075] Um pó MCC coloidal dispersível em água, tendo uma distribuição de tamanho de partícula coloidal muito fina, foi obtido. Quando disperso em água, sua dispersão de 2,6% exibiu uma viscosidade inicial de 2000 cps e uma viscosidade de instalação de 12.900 cps, quando retestado após 24 h, sugerindo uma interação efetiva que é uma boa rede gel entre a MCC e a iota carragenina.

[0076] Um iogurte adocicado, preparado utilizando-se 0,25 % em peso deste pó de celulose microcristalina/iota carragenina de 70/30, tinha uma consistência suave e textura lustrosa.

[0077] EXEMPLO IV

[0078] Em um misturador Hobart de 19 l, 1947,9 g de torta úmida de celulose microcristalina (MCC), com teor de sólidos variando de 38 - 44%, foram misturados com 171,7 g de alginato de sódio, para obter-se uma relação de sólidos de MCC para alginato de 85/15 partes em peso. 33,3 g de uma solução de 30% de CaCl_2 foram adicionados e misturados por diversos minutos. A mistura foi passada através de um extrusor de dois parafusos co-rotativo diversas vezes, para cisalhar a mistura e cominuir os agregados microcristalinos. A consistência resultante do extrusado não era escorregadia, desse modo possibilitando que fosse submetido a um elevado perfil de trabalho, que facilitou a formação das partículas de celulose microcristalina coloidal.

[0079] 258,6 g do extrusado de MCC/alginato foram dispersos em 2741,4 g de água destilada a cerca de 71°C. A lama resultante foi passada através de um

homogeneizador Manton Gaulin a 176 kg/cm^2 e secada por pulverização para formar um pó. A secagem por pulverização foi realizada como segue: A lama homogeneizada foi alimentada a um secador de pulverização Bowen de 3 pés (0,9144 m), utilizando uma abertura de 0,1 pol. (0,00254 m) de atomização do bico. A lama foi alimentada ao secador por meio de uma bomba Moyno de alimentação variável, em uma taxa para prover a desejada temperatura de saída. A temperatura do ar de entrada/saída operacional do secador de pulverização foi de cerca de $195^\circ\text{C}/95^\circ\text{C}$. As condições de secagem por pulverização foram reguladas, dependendo das propriedades de alimentação, tais como viscosidade e características de produto seco resultante e subsequente produção.

[0080] Um pó MCC coloidal dispersível em água, tendo uma distribuição de tamanho de partícula coloidal muito fina, foi obtido. Análise do tamanho de partícula por difração de luz leiser mostrou que o pó tinha um tamanho médio de partícula de 6,04 micros. Quando disperso em água, sua dispersão de 2,6% exibiu uma viscosidade inicial de 1675 cps e uma viscosidade de instalação, após 24 h, de 1725 cps.

[0081] EXEMPLO V (85/15 MCC/A-H CAPA CARRAGENINA)

[0082] Em um misturador Hobart de 19 l, 1938,1 g de torta úmida de celulose microcristalina (MCC), com teor de sólidos variando de 38 - 44%, foram misturados com 168,9 g de capa carragenina de cálcio totalmente modificada, para obter-se uma desejada relação de sólidos de MCC para capa carragenina. 100 g de uma solução de 15% de CaCl_2 foram adicionados e misturados por diversos minutos. A mistura foi passada através de um extrusor de dois parafusos co-rotativos diversas vezes, para cisalhar a mistura e cominuir os agregados microcristalinos. A consistência resultante do extrusado não era escorregadia, desse modo possibilitando que fosse submetido a um elevado perfil de trabalho, que facilitou a formação das partículas de celulose microcristalina coloidal.

[0083] 331,1 g do extrusado de MCC/capa carragenina foram dispersos em 2268,9 g de água destilada a cerca de 71°C . 1,35 g de K_2CO_3 foram adicionados e misturados por diversos minutos, para ajustar o pH a 8,0 - 8,5. A lama resultante foi

passada através de um homogeneizador Manton Gaulin a 176 kg/cm^2 e secada por pulverização para formar um pó. A secagem por pulverização foi realizada como segue: A lama homogeneizada foi alimentada a um secador de pulverização Bowen de 3 pés (0,9144 m), utilizando uma abertura de 0,1 pol. (0,00254 m) de atomização do bico. A lama foi alimentada ao secador por meio de uma bomba Moyno de alimentação variável, em uma taxa para prover a desejada temperatura de saída. A temperatura do ar de entrada/saída operacional do secador de pulverização foi de cerca de $195^\circ\text{C}/95^\circ\text{C}$. As condições de secagem por pulverização foram reguladas, dependendo das propriedades de alimentação, tais como viscosidade e características de produto seco resultantes e subsequente produção.

[0084] Um pó MCC coloidal dispersível em água, tendo uma distribuição de tamanho de partícula coloidal muito fina, em que 50% das partículas estavam abaixo de 3,5 micros, foi obtido. Quando disperso em água, sua dispersão de 2,6% exibiu uma viscosidade inicial de 725 cps e uma viscosidade de instalação de 3350 cps.

[0085] Em uma aplicação de bebida de chocolate nutracêutica processada UHT, a MCC/capa carragenina 85/15, usada a 0,10% proveu uma suspensão de cacau estável.

[0086] EXEMPLO VI (MCC/PECTINA HM 70/30)

[0087] Em um misturador Hobart de 19 l, 11676,5 g de torta úmida de celulose microcristalina (MCC), com teor de sólidos variando de 38 - 44%, foram misturados com 100 g de uma solução de 30% de CaCl_2 e misturados por diversos minutos. 324,1 g de pectina de elevada metoxila (HM) foram adicionados para obter-se a desejada relação de sólidos de MCC para pectina HM. A mistura foi passada através de um extrusor de dois parafusos co-rotativos diversas vezes, para cisalhar a mistura e cominuir os agregados microcristalinos. A consistência resultante do extrusado não era escorregadia, desse modo possibilitando que fosse submetido a um elevado perfil de trabalho, que facilitou a formação das partículas de celulose microcristalina coloidal.

[0088] 315,1 g do extrusado de MCC/iota carragenina foram dispersos em 2684,9 g de água destilada a cerca de 71°C . 3 g de K_2CO_3 foram adicionados e

misturados por diversos minutos para ajustar o pH a 5,0 - 5,4. A lama resultante foi passada através de um homogeneizador Manton Gaulin a 176 kg/cm² e secada por pulverização para formar um pó. A secagem por pulverização foi realizada como segue: A lama homogeneizada foi alimentada a um secador de pulverização Bowen de 3 pés (0,9144 m), utilizando uma abertura de 0,1 pol. (0,00254 m) de atomização do bico. A lama foi alimentada ao secador por meio de uma bomba Moyno de alimentação variável, em uma taxa para prover a desejada temperatura de saída. A temperatura do ar de entrada/saída operacional do secador de pulverização foi de cerca de 195°C/95°C. As condições de secagem por pulverização foram reguladas, dependendo das propriedades de alimentação, tais como viscosidade e resultantes características de produto seco e subsequente produção.

[0089] Um pó MCC coloidal dispersível em água, tendo uma distribuição de tamanho de partícula muito fina, foi obtido. Análise do tamanho de partícula por difração de luz leiser mostrou que o pó tinha um tamanho médio de partícula de 6,56 micros e um tamanho médio de partícula de 8,98 micros. Quando disperso em água, sua dispersão de 2,6% exibiu uma viscosidade inicial de 675 cps e uma viscosidade de instalação de 975 cps.

[0090] Em uma aplicação de iogurte potável, a MCC/pectina HM 70/30 usada a 0,33% produziu boa estabilização.

[0091] EXEMPLO VII (MCC/HM 70/30)

[0092] Em um misturador Hobart de 19 l, 1089,8 g de torta úmida de celulose microcristalina (MCC), com teor de sólidos variando de 38 - 44%, foram misturados com 197,2 g de alginato de propileno glicol (PGA), com um alto grau de esterificação (DE), para obter-se a desejada relação de sólidos de MCC para PGA. 65 g de uma solução de 30% de CaCl₂ foram adicionados e misturados por diversos minutos. A mistura foi passada através de um extrusor de dois parafusos co-rotativos diversas vezes, para cisalhar a mistura e cominuir os agregados microcristalinos. A consistência resultante do extrusado não era escorregadia, desse modo possibilitando que fosse submetido a um elevado perfil de trabalho, que facilitou a formação das partículas de celulose microcristalina coloidal. 312,0 g do extrusado de

MCC/PGA foram dispersos em 2,688 g de água destilada a cerca de 71°C. A lama resultante foi passada através de um homogeneizador Manton Gaulin a 176 kg/cm² e secada por pulverização para formar um pó. A secagem por pulverização foi realizada como segue: A lama homogeneizada foi alimentada a um secador de pulverização Bowen de 3 pés (0,9144 m), utilizando uma abertura de 0,1 pol. (0,00254 m) de atomização do bico. A lama foi alimentada ao secador por meio de uma bomba Moyno de alimentação variável, em uma taxa para prover a desejada temperatura de saída. A temperatura do ar de entrada/saída operacional do secador de pulverização foi de cerca de 195°C/95°C. As condições de secagem por pulverização foram reguladas, dependendo das propriedades de alimentação, tais como viscosidade e resultantes características de produto seco e subsequente produção.

[0093] Um pó MCC coloidal dispersível em água, tendo uma distribuição de tamanho de partícula muito fina, foi obtido. Análise do tamanho de partícula por difração de luz leiser de sua dispersão de 2,6% mostrou que o pó tinha um tamanho médio de partícula de 5,87 micros e um tamanho médio de partícula de 7,40 micros.

[0094] Em uma aplicação de iogurte potável, a MCC/PGA 70/30 usada a 0,35% produziu boa estabilização.

[0095] EXEMPLO VIII (MCC/IOTA CARRAGENINA/PECTINA HM 75/15/10)

[0096] Em um misturador Hobart de 19 l, 1818,8 g de torta úmida de celulose microcristalina (MCC), com teor de sólidos variando de 38 - 44%, foram misturados com 163,7 g de iota carragenina, para obter-se a desejada relação de sólidos de MCC para iota carragenina. 200 g de uma solução de 15% de CaCl₂ foram adicionados e misturados por diversos minutos. A mistura foi passada (1 passagem) através de um extrusor de dois parafusos co-rotativos. 108 g de pectina de alta metoxila (HM) foram adicionados à mistura de MCC/iota carragenina. Isto foi passado através do extrusor diversas vezes para cisalhar a mistura e cominuir os agregados microcristalinos. A consistência resultante do extrusado não era escorregadia, desse modo possibilitando que fosse submetido a um elevado perfil de trabalho, o que facilitou a formação de partículas de celulose microcristalina coloidal.

[0097] 343,6 g do extrusado de MCC/iota carragenina/pectina HM foram dispersos em 2656,4 g de água destilada a cerca de 71°C. A lama resultante foi passada através de um homogeneizador Manton Gaulin a 176 kg/cm² e secada por pulverização para formar um pó. A secagem por pulverização foi realizada como segue: A lama homogeneizada foi alimentada a um secador de pulverização Bowen de 3 pés (0,9144 m), utilizando uma abertura de 0,1 pol. (0,00254 m) de atomização de bico. A lama foi alimentada ao secador por meio de uma bomba Moyno de alimentação variável, em uma taxa para prover a desejada temperatura de saída. A temperatura do ar de entrada/saída operacional do secador de pulverização era de cerca de 195°C/95°C. As condições de secagem por pulverização foram reguladas, dependendo das propriedades de alimentação, tais como viscosidade e resultantes características de produto seco e subsequente produção.

[0098] Um pó MCC coloidal dispersível em água, tendo uma distribuição de tamanho de partícula muito fina, foi obtido. Quando disperso em água, sua dispersão de 2,6% exibiu uma viscosidade inicial de 725 cps e uma viscosidade de instalação de 925 cps.

[0099] Em uma aplicação de produto de iogurte adoçado, a MCC/iota carragenina/pectina HM, usada em um nível de 0,25%, produziu um iogurte adoçado, que tinha uma consistência lisa e uma textura lustrosa. Quando submetido a condições de congelamento /descongelamento, o produto MCC/iota carragenina/pectina HM era estável, visto que ele mantinha sua textura macia e lustrosa.

[00100] EXEMPLO IX (MCC/IOTA CARRAGENINA/GOMA XANTANO 75/15/10)

[00101] Em um misturador Hobart de 19 l, 1818,8 g de torta úmida de celulose microcristalina (MCC), com teor de sólidos variando de 38 - 44%, foram misturados com 163,7 g de iota carragenina, para obter-se a desejada relação de sólidos de MCC para iota carragenina. 200 g de uma solução de 15% de CaCl₂.2H₂O foram adicionados e misturados por diversos minutos. A mistura foi passada (1 vez) através de um extrusor de dois parafusos co-rotativos. 107,2 g de goma xantano foram adicionados à mistura de MCC/iota carragenina. Isto foi passado através do

extrusor diversas vezes, para cisalhar a mistura e cominuir os agregados microcristalinos. A consistência resultante do extrusado não era escorregadia, desse modo possibilitando que fosse submetido a um elevado perfil de trabalho, que facilitou a formação das partículas de celulose microcristalina coloidal.

[00102] 343,5 g do extrusado de MCC/iota carragenina/pectina HM foram dispersos em 2656,6 g de água destilada a cerca de 71°C. A lama resultante foi passada através de um homogeneizador Manton Gaulin a 176 kg/cm² e secada por pulverização para formar um pó. A secagem por pulverização foi realizada como segue: A lama homogeneizada foi alimentada a um secador de pulverização Bowen de 3 pés (0,9144 m), utilizando uma abertura de 0,1 pol. (0,00254 m) de atomização do bico. A lama foi alimentada ao secador por meio de uma bomba Moyno de alimentação variável, em uma taxa para prover a desejada temperatura de saída. A temperatura do ar de entrada/saída operacional do secador de pulverização era de cerca de 195°C/95°C. As condições de secagem por pulverização foram reguladas, dependendo das propriedades de alimentação, tais como viscosidade e resultantes características de produto seco e subsequente produção.

[00103] Um pó MCC coloidal dispersível em água, tendo uma distribuição de tamanho de partícula muito fina, com 26% das partículas abaixo de 3,5 micros, foi obtido. Quando disperso em água, sua dispersão de 2,6% exibiu uma dispersão inicial de 450 cps e uma viscosidade de instalação de 700 cps.

[00104] EXEMPLO X

[00105] Uma composição de enchimento de fruta foi preparada dos seguintes componentes. Todas as quantidades são em partes em peso. Neste Exemplo, os seguintes materiais foram usados:

[00106] GRINSTED LA410 - pectina amidada de baixo éster, disponível na Danisco.

[00107] GOLFO 67 - amido completamente cozido modificado de milho ceroso, disponível na National Starch.

[00108] Concentrado de framboesa - 20% de sólidos de fruta, disponíveis na IFF.

[00109] MCC/Alginato de Sódio - preparado como descrito no Exemplo IV acima.

<u>Componente</u>	<u>Quantidade</u>
GRINSTED LA410	5
MCC/Alginato de Sódio	5
Água	420
Açúcar	337
Amido COLFLO 67	20
Concentrado de framboesa	200
Sorbato de potássio	1
3% lactato de cálcio em água	5
50% ácido cítrico em água	7
Sólidos Brix	43%
Viscosidade Quente, cp	13800
Estabilidade ao cozimento	11%
Resistência do gel, gramas	75

[00110] Os GRINSTED LA410 e MCC/Alginato de Sódio foram misturados secos e então dispersos em água utilizando-se mistura de alto cisalhamento por 7 minutos. A amostra foi então aquecida a 90°C, enquanto agitando. Uma mistura seca de amido COLFLO 67, açúcar e sorbato de potássio foi adicionada com agitação. Após cozinhar por 10 minutos, para assegurar que o amido fosse disperso, o concentrado de framboesa foi adicionado e a amostra reaquecida e mantida por 10 minutos a de 87°C a 90°C. A brix foi determinada utilizando-se um refratômetro. As soluções de lactato de cálcio e ácido cítrico foram seqüencialmente adicionadas. O enchimento de fruta foi vertido dentro de tigelas. A viscosidade quente foi medida utilizando-se um fuso Brookfield RVT #4, 10 rpm, após 1 minuto. As amostras foram esfriadas à temperatura ambiente e refrigeradas antes do teste quanto à potência gel e estabilidade de cozimento.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição coaritada, caracterizada pelo fato de compreender:

(a) pelo menos 70 % em peso de celulose microcristalina;
(b) um hidrocolóide selecionado dentre carragenina ou alginato de propileno glicol; e

(c) agente anti-deslizamento solúvel em água em uma quantidade de 0,8% a 3,0% em peso com base no peso total de sólidos na dita composição;

em que

(1) a composição coaritada é uma composição de alto teor de sólidos formada por um processo compreendendo as etapas: (a) formar uma mistura de celulose microcristalina compreendendo de 40 a 60% de água, um hidrocolóide, e um agente anti-deslizamento, e (b) misturar a mistura com alto teor de sólidos sob condições de elevado cisalhamento; e

(2) a composição coaritada tem um tamanho médio de partícula menor do que 10 micros.

2. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que:

(i) quando o hidrocolóide for uma carragenina, pelo menos 50% das partículas têm um tamanho de partícula menor do que 3,5 micros,

(ii) quando o hidrocolóide for um hidrocolóide diferente de uma carragenina, pelo menos 30% das partículas têm um tamanho de partícula menor do que 3,5 micros, e

(iii) quando o hidrocolóide for uma combinação de uma carragenina e outro hidrocolóide, pelo menos 20% das partículas têm um tamanho de partícula menor do que 3,5 micros.

3. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de ter um teor de Ca^{++} de 0,18 a 3,5 % em peso, com base no peso total da composição.

4. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato da quantidade de hidrocolóide ser igual a de 15% a 30% em peso, com base no

peso total do hidrocolóide e da celulose microcristalina.

5. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato do hidrocolóide ser uma carragenina ou ser um alginato.

6. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato da quantidade de celulose microcristalina ser igual a de 70% a 85 % em peso, com base no peso total do hidrocolóide e da celulose microcristalina.

7. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o agente anti-deslizamento é um sal inorgânico solúvel em uma quantidade igual a pelo menos 1 % em peso, com base no peso total da composição.

8. Composição de acordo com a reivindicação 7, caracterizada pelo fato do sal inorgânico ser selecionado do grupo consistindo em cloreto de sódio, cloreto de cálcio, lactato de cálcio, tartarato de cálcio, e monofosfato de cálcio.

9. Composição de acordo com a reivindicação 7, caracterizada pelo fato do sal inorgânico ser cloreto de cálcio.

10. Processo para preparar uma composição de celulose microcristalina, caracterizado pelo fato de compreender as etapas de:

(a) adicionar um hidrocolóide a uma composição de celulose microcristalina antes de adicionar o agente anti-deslizamento;

(b) adicionar o agente anti-deslizamento antes do hidrocolóide ter a oportunidade de intumescer uniformemente para formar uma mistura com alto teor de sólidos de celulose microcristalina, hidrocolóide e agente anti-deslizamento; e

(c) submeter a mistura a uma força de cisalhamento;

em que o agente anti-deslizamento é uma solução aquosa de um sal inorgânico e está presente em uma quantidade de 0,8% a 3,0% em peso com base no peso total de sólidos da dita composição.

11. Processo de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato do hidrocolóide ser selecionado do grupo consistindo em carrageninas e alginatos.

12. Processo de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato do sal inorgânico ser um sal divalente.

13. Processo de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato

do sal divalente ser cloreto de cálcio.

14. Processo de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato da quantidade de sal inorgânico ser igual a de 1,0% a 3,0 % em peso, com base no peso total de sólidos na mistura.

15. Processo de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato da quantidade de sal inorgânico ser igual a de 0,8% a 2,0 % em peso, com base no peso total de sólidos na mistura.

16. Produto alimentício, caracterizado pelo fato de compreender a composição como definida na reivindicação 1.

17. Composição farmacêutica, caracterizada pelo fato de compreender a composição como definida na reivindicação 1.

18. Composição cosmética, caracterizada pelo fato de compreender a composição como definida na reivindicação 1.

19. Forma de dosagem farmacêutica, caracterizada pelo fato de compreender a composição como definida na reivindicação 1.

20. Composição industrial, caracterizada pelo fato de compreender a composição como definida na reivindicação 1.