

### Область изобретения

Настоящее изобретение касается жевательной резинки. В частности, разработано новое разлагаемое соединение, заменяющее смолу, которая обычно применяется в композициях жевательных резинок. Настоящее изобретение относится к основе жевательной резинки и к жевательной резинке, включающей сополимер сложного полиэфира, получаемый полимеризацией циклических сложных эфиров, где сополимер имеет температуру стеклования ( $T_g$ ) в интервале от 15 до 40°C.

#### Предпосылки создания изобретения и предшествующий уровень техники

Общепризнано, что жевательная резинка, которая выброшена в помещении или во внешнюю окружающую среду, доставляет значительные неприятности и неудобства вследствие того, что выброшенная жевательная резинка крепко приклеивается, например, к поверхности тротуара и мостовой, обуви и одежде людей, находящихся или передвигающихся в окружающей среде. Существенным дополнением к таким неприятностям и неудобствам является то, что продукты жевательной резинки, доступные в настоящее время, основаны на применении эластомерных и смолистых полимеров природного или синтетического происхождения, которые, по существу, не разлагаются в окружающей среде.

Следовательно, городские власти и другие люди, ответственные за чистоту в помещениях и во внешней окружающей среде, должны предпринимать значительные усилия для удаления выброшенной жевательной резинки, однако, такие усилия являются как дорогостоящими, так и не приносящими удовлетворительных результатов.

Были предприняты попытки снизить неприятности, связанные с широко распространенным использованием жевательной резинки, например, путем улучшения способов очистки для придания им большей эффективности удаления следов выброшенной жевательной резинки или посредством введения противоприклеивающихся агентов в композиции жевательной резинки. Однако ни одна из таких мер предосторожности не внесла существенного вклада в решение проблемы загрязнения.

В последние два десятилетия наблюдается увеличивающийся интерес к синтетическим сложным полиэфирам для множества применений, в диапазоне от биомедицинских устройств до основы жевательной резинки. Многие из таких полимеров легко гидролизуются до соответствующих мономерных гидроксикислот, которые легко удаляются метаболическими путями. Ожидается, что биоразлагаемые полимеры выступят в качестве альтернативы традиционным неразлагаемым или слабонеразлагаемым пластикам, таким как поли(стирол), поли(изобутилен) и поли(метилметакрилат).

Так, в последнее время было установлено, например, в патенте США 5672367, что жевательная резинка может быть изготовлена из некоторых синтетических полимеров, имеющих в своей полимерной цепи химически нестабильные связи, которые могут разрушаться под действием света или гидролитически на водорастворимые и нетоксичные компоненты. Заявленная жевательная резинка включает по крайней мере один разлагаемый сложный полиэфирный полимер, полученный полимеризацией циклических сложных эфиров, например, на основе лактидов, гликолидов, триметиленкарбоната и  $\epsilon$ -капролактона. В этом патенте отмечалось, что полученная из таких полимеров, которые упоминаются как биоразлагаемые, жевательная резинка разлагается в окружающей среде.

В патенте США 6153231 описаны основы жевательной резинки, которые включают сополимеры поли(молочной кислоты), выбранные из сополимеров поли(молочная кислота-димер-жирная кислота-оксазолин) и сополимеров поли(молочная кислота-диол-уретан).

Обычно композиция жевательной резинки включает растворимую в воде объемную часть, не растворимую в воде часть основы жевательной резинки и обычно не растворимые в воде вкусовые агенты.

Не растворимая в воде основа жевательной резинки включает эластомеры, смолистые соединения, жиры и масла, воски, эмульгаторы, пластификаторы и неорганические наполнители. Смолистые соединения вносят вклад в получение желаемых жевательных свойств и выступают как пластификаторы эластомеров основы жевательной резинки.

Смола в обычных основах жевательной резинки обычно включает синтетические смолы, такие как поли(винилацетат) (PVAc) и природные смолы, такие как сложные эфиры канифолей (смолистых кислот), которые часто упоминаются как сложноэфирные камеди. Дополнительно, природные смолы, такие как глицериновые сложные эфиры частично гидрированных канифолей, глицериновые сложные эфиры полимеризованных канифолей, глицериновые сложные эфиры частично димеризованных канифолей, глицериновые сложные эфиры маркированных маслянистых канифолей, пентаэритритные сложные эфиры частично гидрированных канифолей, метиловые сложные эфиры канифолей, частично гидрированные метиловые сложные эфиры канифолей, пентаэритритные сложные эфиры канифолей, обычно применяются в основах жевательной резинки. Другие смолистые соединения, обычно используемые в основах жевательной резинки, включают синтетические смолы, такие как терпеновые смолы, полученные из альфа-пинена, бета-пинена и/или d-лимонена, и природные терпеновые смолы.

Синтетическая смола поливинилацетат (PVAc) является, по существу, не разлагаемой в окружающей среде, и, таким образом, применение данного смолистого полимера в основах жевательной резинки оказывает большое влияние на неразлагаемость жевательной резинки. PVAc обычно добавляют к основе жевательной резинки в количествах, зависящих от диапазона молекулярной массы, и, таким образом, он, помимо прочего, придает основе жевательной резинки способность к вытягиванию или эластичность.

Общее количество PVAc, используемое в композиции основы жевательной резинки, обычно составляет от примерно 5 до 95% по весу из расчета на общую композицию основы жевательной резинки. Обычно количество PVAc в основах жевательной резинки находится в диапазоне 10-30% и, таким образом, составляет основную часть композиции основы жевательной резинки в целом. Поскольку данная синтетическая смола является, по существу, не разлагаемой в окружающей среде, данный компонент основы жевательной резинки вносит значительный вклад в неразлагаемость жевательной резинки, полученной с использованием такой основы жевательной резинки, в целом.

В настоящее время установлено, что в композиции основы жевательной резинки возможно полностью заменить поливинилацетатную (PVAc) смолистую камедь на разлагаемый сополимер сложного полиэфира, получаемый полимеризацией циклических сложных эфиров, где сополимер имеет температуру стеклования ( $T_g$ ) в интервале от 15 до 40°C, без потери реологических свойств основы жевательной резинки. Таким образом, авторами настоящего изобретения было установлено, что при замене PVAc на разлагаемый сополимер, состоящий из D,L-лактида и  $\epsilon$ -капролактона, можно получить основу жевательной резинки и жевательную резинку на основе таких смол, которые обладают такими же или аналогичными реологическими свойствами (такими, как пластичность (динамический модуль упругости) и эластичность (модуль механических потерь)), что и обычные основы жевательной резинки, полученные из PVAc.

В патенте США описаны в общем виде сложнэфирные полимеры, получаемые полимеризацией циклических сложных эфиров. В явном виде описан сополимер, состоящий из D,L-лактида и  $\epsilon$ -капролактона, с температурой стеклования ( $T_g$ ) 15°C (пример 1) и сополимер, состоящий из D,L-лактида и  $\epsilon$ -капролактона, с температурой стеклования ( $T_g$ ) -10°C (пример 2).

Дополнительно авторами настоящего изобретения было установлено, что возможно заменить компоненты природных смол, такие как сложные эфиры природных канифолей, на разлагаемый сополимер, состоящий из D,L-лактида и  $\epsilon$ -капролактона. Хорошо известно, что природные смолы являются, по существу, не разлагаемыми в окружающей среде. Поскольку они обычно составляют от 10 до 50% от общей композиции основы жевательной резинки, замена данного компонента основы жевательной резинки на разлагаемый компонент значительно улучшит общую разлагаемость основы жевательной резинки.

#### **Краткое изложение сущности изобретения**

Соответственно, в первом аспекте настоящее изобретение относится к основе жевательной резинки, включающей сополимер сложного полиэфира, получаемый полимеризацией циклических сложных эфиров, где сополимер имеет температуру стеклования ( $T_g$ ) в интервале от 15 до 40°C.

В следующем аспекте разработана жевательная резинка, включающая сополимер сложного полиэфира, получаемый полимеризацией циклических сложных эфиров, где сополимер имеет температуру стеклования ( $T_g$ ) в интервале от 15 до 40°C.

Еще в одном следующем варианте осуществления изобретения жевательная резинка или основа жевательной резинки могут включать частично замещенную функциональную группу, в данном случае смоле, где замещенная функциональная группа является биоразлагаемой.

В соответствии с другим вариантом осуществления изобретения было определено, что обычные биоразлагаемые функциональные группы как таковые могут быть заменены биоразлагаемыми полимерами со сходной реологией.

#### **Подробное описание изобретения**

Не ограничиваясь конкретной теорией, предполагается, что подходящая стратегия создания заменителя смолы заключается в том, чтобы правильно подобрать температуру стеклования ( $T_g$ ) той смолы, которую надо заменить.

Предпочтительной смолой, которую надо заменить, является низкомолекулярный PVAc, который имеет температуру стеклования ( $T_g$ ), равную примерно 33°C.

Соответственно, является предпочтительным, чтобы сополимер сложного полиэфира имел температуру стеклования ( $T_g$ ) в диапазоне от 25 до 37°C, более предпочтительно, чтобы сополимер сложного полиэфира имел температуру стеклования ( $T_g$ ) в диапазоне от 28 до 35°C, еще более предпочтительно, чтобы сополимер сложного полиэфира имел температуру стеклования ( $T_g$ ) в диапазоне от 30 до 35°C, и наиболее предпочтительно, чтобы сополимер сложного полиэфира имел температуру стеклования ( $T_g$ ) в диапазоне от 31 до 34°C.

Является предпочтительным создание полимера, состоящего из мономера с высокой  $T_g$  и мономера с низкой  $T_g$ . Затем может достигаться промежуточная  $T_g$  на основе точных мольных соотношений двух мономеров. В принципе, теоретически можно использовать любую комбинацию одного или нескольких мономеров с высокой  $T_g$  и одного или нескольких мономеров с низкой  $T_g$ .

Предпочтительно используют мономер с высокой  $T_g$ , выбранный из группы мономеров, состоящей из D,L-лактида, L-лактида и гликолида; и мономер с низкой  $T_g$  выбирают из группы, состоящей из  $\epsilon$ -капролактона,  $\delta$ -валеролактона, триметиленкарбоната (TMC) и диоксанона.

Предпочтительными комбинациями являются:

D,L-лактид/ $\epsilon$ -капролактон

D,L-лактид/ТМС  
 D,L-лактид/ $\delta$ -валеролактон  
 D,L-лактид/диоксанон  
 D,L-лактид в сочетании с любыми двумя мономерами с низкой Tg  
 D,L-лактид в сочетании с любыми тремя мономерами с низкой Tg  
 D,L-лактид в сочетании со всеми четырьмя мономерами с низкой Tg  
 L-лактид/ $\epsilon$ -капролактон  
 L-лактид/ТМС  
 L-лактид/ $\delta$ -валеролактон  
 L-лактид/диоксанон  
 L-лактид в сочетании с любыми двумя мономерами с низкой Tg  
 L-лактид в сочетании с любыми тремя мономерами с низкой Tg  
 L-лактид в сочетании со всеми четырьмя мономерами с низкой Tg  
 D,L-лактид/гликолид/ $\epsilon$ -капролактон  
 D,L-лактид/гликолид/ТМС  
 D,L-лактид/гликолид/ $\delta$ -валеролактон  
 D,L-лактид/гликолид/диоксанон  
 D,L-лактид/гликолид в сочетании с любыми двумя мономерами с низкой Tg  
 D,L-лактид/гликолид в сочетании с любыми тремя мономерами с низкой Tg  
 D,L-лактид/гликолид в сочетании со всеми четырьмя мономерами с низкой Tg  
 L-лактид/гликолид/ $\epsilon$ -капролактон  
 L-лактид/гликолид/ТМС  
 L-лактид/гликолид/ $\delta$ -валеролактон  
 L-лактид/гликолид/диоксанон  
 L-лактид/гликолид в сочетании с любыми двумя мономерами с низкой Tg  
 L-лактид/гликолид в сочетании с любыми тремя мономерами с низкой Tg  
 L-лактид/гликолид в сочетании со всеми четырьмя мономерами с низкой Tg  
 гликолид/ $\epsilon$ -капролактон  
 гликолид/ТМС  
 гликолид/ $\delta$ -валеролактон  
 гликолид/диоксанон  
 гликолид в сочетании с любыми двумя мономерами с низкой Tg  
 гликолид в сочетании с любыми тремя мономерами с низкой Tg  
 гликолид в сочетании со всеми четырьмя мономерами с низкой Tg  
 D,L-лактид/L-лактид/ $\epsilon$ -капролактон  
 D,L-лактид/L-лактид/ТМС  
 D,L-лактид/L-лактид/ $\delta$ -валеролактон  
 D,L-лактид/L-лактид/диоксанон  
 D,L-лактид/L-лактид в сочетании с любыми двумя мономерами с низкой Tg  
 D,L-лактид/L-лактид в сочетании с любыми тремя мономерами с низкой Tg  
 D,L-лактид/L-лактид в сочетании со всеми четырьмя мономерами с низкой Tg  
 D,L-лактид/L-лактид/гликолид/ $\epsilon$ -капролактон  
 D,L-лактид/L-лактид/гликолид/ТМС  
 D,L-лактид/L-лактид/гликолид/ $\delta$ -валеролактон  
 D,L-лактид/L-лактид/гликолид/диоксанон  
 D,L-лактид/L-лактид/гликолид в сочетании с любыми двумя мономерами с низкой Tg  
 D,L-лактид/L-лактид/гликолид в сочетании с любыми тремя мономерами с низкой Tg  
 D,L-лактид/L-лактид/гликолид в сочетании со всеми четырьмя мономерами с низкой Tg

Ниже описан предпочтительный вариант осуществления, относящийся к основе жевательной резинки, включающей разлагаемый сополимер, состоящий из D,L-лактида и  $\epsilon$ -капролактона, и к жевательной резинке, включающей сополимер, состоящий из D,L-лактида и  $\epsilon$ -капролактона. Приведенные ниже различные варианты осуществления основы жевательной резинки также являются существенными для основы жевательной резинки, как описано выше.

Основная задача настоящего изобретения заключается в создании основы жевательной резинки для жевательной резинки, которая приводит к продуктам жевательной резинки, которые по сравнению с жевательной резинкой, включающей обычные неразлагаемые полимеры, после жевания более легко разлагаются в окружающей среде, если они выброшены неподходящим образом или отброшены пользователем, и/или которые могут быть удалены более легко механически и/или с использованием чистящих средств.

Соответственно, предлагаемая в данном изобретении основа жевательной резинки представляет собой такую основу, которая при применении в жевательной резинке придает ей большую способность

подвергаться физическому, химическому и/или биологическому разложению; например, выброшенные отходы жевательной резинки более легко удаляются из места, куда они выброшены, или, по существу, разлагаются до комочков или частиц, которые больше не рассматриваются как остатки жевательной резинки. Разложение или разрушение таких разлагаемых полимеров может быть вызвано или индуцировано физическими факторами, такими как температура, свет, влага, или химическими факторами, такими как гидролиз, вызванный изменением pH, или действием подходящих ферментов, способных разлагать сополимеры согласно изобретению.

Соответственно, одной из задач настоящего изобретения является создание основы жевательной резинки, включающей разлагаемый сополимер, состоящий из D,L-лактида и  $\epsilon$ -капролактона. Как отмечено выше, было установлено, что возможно, применяя такой сополимер, полностью заменить синтетическую и, по существу, неразлагаемую смолу резинки - поливинилацетат, PVAc, которая обычно используется в композициях жевательной резинки. Неожиданно оказалось, как будет очевидно из следующих примеров, что такая замена может быть осуществлена без ухудшения реологических свойств основы жевательной резинки и жевательной резинки, полученной с использованием такой основы жевательной резинки. Таким образом, возможно получать реологические свойства (такие как пластичность (динамический модуль упругости) и эластичность (модуль механических потерь)), которые подобны свойствам обычных основ жевательных резинок, полученных с использованием PVAc. Пластичность и эластичность представляют собой параметры, существенные для структуры конечной жевательной резинки.

Кроме того, разлагаемый сополимер, состоящий из сополимера D,L-лактида и  $\epsilon$ -капролактона, в используемых вариантах изобретения может заменить компоненты природных смол в основах жевательной резинки, такие как сложные эфиры природных смолистых кислот (канифолей), которые, как хорошо известно, являются, по существу, не разлагаемыми в окружающей среде. Что касается природных смол, таких как природные сложные эфиры смолистых кислот (канифолей), получаемых из природных источников, например из живицы деревьев хвойных пород, то состав и качество природной смолы могут быть непостоянными. Это может приводить к определенным проблемам изменчивости при получении основы жевательной резинки, поскольку предельно важна однородность состава каждой порции.

Соответственно, настоящее изобретение обеспечивает решение вышеуказанной проблемы, касающейся композиции и изменения качества природных смол.

Дополнительно авторами настоящего изобретения было установлено, что при использовании разлагаемого сополимера, состоящего из D,L-лактида и  $\epsilon$ -капролактона, в качестве заменителя PVAc и/или природной смолы полученная основа жевательной резинки и, следовательно, жевательная резинка, полученная из такой основы, являются менее клейкими, чем жевательная резинка, полученная из стандартной основы жевательной резинки, не содержащей сополимер, состоящий из D,L-лактида и  $\epsilon$ -капролактона. Соответственно, следующая задача настоящего изобретения заключается в создании жевательной резинки, которая является менее клейкой, чем жевательная резинка, полученная из стандартной основы жевательной резинки, не содержащей поли(D,L-лактид-со- $\epsilon$ -капролактон).

Получение сополимера, состоящего из D,L-лактида и  $\epsilon$ -капролактона, может быть осуществлено различными подходящими способами полимеризации, которые хорошо известны в данной области, например полимеризацией с раскрытием кольца (ROP) в присутствии подходящего катализатора. Соответственно, в одном варианте осуществления преимущественно может использоваться октоат двухвалентного олова (SO) в качестве катализатора и низкомолекулярный спирт (например, пропиленгликоль) в качестве инициатора для полимеризации смеси мономеров D,L-лактида (рацемическая смесь) и  $\epsilon$ -капролактона с целью получения поли(D,L-лактид-со- $\epsilon$ -капролактон).

В полезном варианте осуществления синтезируют сополимер поли(D,L-лактид-со- $\epsilon$ -капролактон), имеющий определенное моль:моль соотношение между мономерами (сомономерное отношение) D,L-лактида и  $\epsilon$ -капролактона. Соответственно, в одном используемом варианте осуществления настоящего изобретения соотношение моль:моль сомономеров между D,L-лактоном и  $\epsilon$ -капролактоном в поли(D,L-лактид-со- $\epsilon$ -капролактоне) находится в диапазоне от 80:20 до 99:1 (моль:моль), включая диапазон от 92:8 до 94:6 (моль:моль). В одном конкретном варианте осуществления соотношение моль:моль между D,L-лактоном и  $\epsilon$ -капролактоном в сополимере составляет примерно 93:7 (моль:моль). Соотношение моль:моль в сополимере поли(D,L-лактид-со- $\epsilon$ -капролактон) преимущественно может быть определено, например, с использованием  $^{13}\text{C}$ -ЯМР анализа.

В следующих используемых вариантах осуществления молекулярная масса сополимера поли(D,L-лактид-со- $\epsilon$ -капролактон) в основе жевательной резинки по изобретению находится в диапазоне 1500-9000 г/моль, включая диапазон 2000-8000 г/моль, включая диапазон 2000-8000 г/моль, например диапазон 3500-6000 г/моль.

Как будет проиллюстрировано в следующих примерах, в одном аспекте изобретения используемая основа жевательной резинки может включать сополимер поли(D,L-лактид-со- $\epsilon$ -капролактон), имеющий соотношение моль:моль между D,L-лактоном и  $\epsilon$ -капролактоном, составляющее приблизительно 91:9, и молекулярную массу примерно 3500 г/моль. В другом аспекте настоящего изобретения основа жеватель-

ной резинки согласно изобретению может включать поли(D,L-лактид-со-ε-капролактон), имеющий соотношение моль:моль между D,L-лактидом и ε-капролактоном, составляющее приблизительно 93:7, и молекулярную массу примерно 5000 г/моль.

Соответственно, следует понимать, что молекулярная масса и соотношение моль:моль между D,L-лактидом и ε-капролактоном в сополимере могут быть отрегулированы индивидуально путем применения различных условий полимеризации для того, чтобы получить желаемые реологические характеристики основы жевательной резинки, в которой предполагается использовать полимер. Таким образом, подразумевается, что в соответствии с изобретением можно использовать широкий диапазон различных молекулярных масс сополимера и что преимущественно может применяться широкий диапазон соотношений моль:моль между мономерами D,L-лактидом и ε-капролактоном.

Важной отличительной реологической характеристикой основ жевательных резинок, которые используются в композициях жевательных резинок, является температура стеклования (T<sub>g</sub>). Как использовано в данном описании, температура стеклования означает температуру, при которой соотношение динамического модуля упругости G' (эластичности) и модуля механических потерь G'' (пластичности) равно единице. Модуль упругости G' и модуль механических потерь G'' полимеров обычно могут быть определены с использованием реометра, такого как AR1000 от TA Instruments.

В предпочтительном к настоящему моменту варианте осуществления основа жевательной резинки согласно изобретению включает сополимер поли(D,L-лактид-со-ε-капролактон), имеющий температуру стеклования (T<sub>g</sub>) в интервале от 15-40°C, включая диапазон 20-30°C. В одном конкретном варианте осуществления было установлено, как будет очевидно из следующих примеров, что основа жевательной резинки, включающая сополимер поли(D,L-лактид-со-ε-капролактон), имеющий молекулярную массу примерно 3500 г/моль и T<sub>g</sub> в интервале от 21-25°C, имеет реологические свойства, которые подобны свойствам основ жевательных резинок, не включающим разлагаемый сополимер. Таким образом, было установлено, что при замене PVAc в основе жевательной резинки на такой разлагаемый сополимер поли(D,L-лактид-со-ε-капролактон) можно получить реологические свойства, которые подобны свойствам стандартной основы жевательной резинки, не содержащей сополимер поли(D,L-лактид-со-ε-капролактон), имеющий такие конкретные характеристики.

В следующем варианте осуществления для замены PVAc компонента и компонента природной смолы в стандартной основе жевательной резинки используются основы жевательных резинок, включающие сополимеры поли(D,L-лактид-со-ε-капролактоны), имеющие молекулярную массу примерно 5000 г/моль и T<sub>g</sub> в интервале от 25-40°C.

Как отмечено выше, настоящее изобретение также относится к жевательной резинке, включающей сополимер, состоящий из D,L-лактида и ε-капролактона. Соответственно, разработан жевательный продукт на основе жевательной резинки согласно изобретению, раскрытой в данном описании.

Как использовано в данном описании, выражение «основа жевательной резинки» относится, в общем, к не растворимой в воде части жевательной резинки, которая обычно составляет от 10 до 99% по весу (предпочтительно от 10 до 50% по весу) от общей композиции жевательной резинки. Композиции основы жевательной резинки обычно включают одно или несколько эластомерных соединений, которые могут быть синтетического или природного происхождения, одно или несколько смолистых соединений природного или синтетического происхождения, наполнители, смягчающие агенты и незначительные количества смешанных ингредиентов, таких как антиоксиданты и красители и т.д.

Таким образом, в объем изобретения входит то, что часть основы жевательной резинки, в дополнение к разлагаемому сополимеру, состоящему из D,L-лактида и ε-капролактона, содержит долю неразлагаемых полимерных эластомеров и/или смол, которые могут быть природного или синтетического происхождения. Доля таких неразлагаемых полимеров может составлять 1-99% по весу, включая диапазон от 5 до 90% по весу, например диапазон 10-50% по весу.

В данном контексте, полезные синтетические эластомеры включают, но не ограничиваются этим, синтетические эластомеры, перечисленные в Food and Drug Administration, CFR, Title 21, Section 172.615, the Masticatory Substances, Synthetic, такие как полиизобутилен со средней молекулярной массой, определенной методом гелепроникающей хроматографии (ГПХ), в диапазоне от примерно 10000 до примерно 1000000, включая диапазон от 50000 до 80000, изобутилен-изопреновый сополимер (бутиловый эластомер), стирол-бутадиеновые сополимеры, например, имеющие соотношение стирола к бутадиену от примерно 1:3 до примерно 3:1, полиизопрен, полиэтилен, поливинилацетат, винилацетат-виниллауратный сополимер, например, имеющий содержание виниллаурата от примерно 5 до примерно 50% по весу, например от 10 до 45% по весу сополимера, и их комбинации.

В промышленности является обычным сочетание в основе жевательной резинки синтетического эластомера, имеющего высокую молекулярную массу, с низкомолекулярным эластомером. В настоящее время предпочтительные комбинации синтетических эластомеров включают, но не ограничиваются этим, полиизобутилен и стиролбутадиен, полиизобутилен и полиизопрен, полиизобутилен и изобутилен-изопреновый сополимер (бутиловый каучук) и комбинацию полиизобутилена, стирол-бутадиенового сополимера и изобутилен-изопренового сополимера и всех из вышеуказанных индивидуальных синтети-

ческих полимеров в смеси с поливинилацетатом, винилацетат-виниллауратными сополимерами, соответственно, и их смесями.

Полезные природные неразлагаемые эластомеры включают эластомеры, перечисленные в Food and Drug Administration, CFR, Title 21, Section 172.615, the Masticatory Substances of Natural Vegetable Origin, включая природные каучуковые соединения, такие как дымчатый или жидкий латекс и гваюла, и другие природные камеди, включая джелутонг, лечикаспи, массарандубу балата, сорву, перилло, розидинху, массарандубу шоколадную, чикл, нисперо, гутта ханганг и их комбинации. Предпочтительные концентрации синтетического эластомера и природного эластомера изменяются в зависимости от того, является ли жевательная резинка, в которой используется основа, адгезивной или обычной, бабл-гаммом или стандартной жевательной резинкой, как обсуждается ниже. В настоящее время предпочтительные природные эластомеры включают джелутонг, чикл, массарандубу балата и сорву.

Однако также подразумевается, что в используемых вариантах осуществления основа жевательной резинки согласно изобретению, которая включает поли(D,L-лактид-со-ε-капролактон), может преимущественно включать дополнительно эластомерные или смолистые полимерные соединения, которые являются разлагаемыми в окружающей среде или биологически разлагаемыми.

В настоящем контексте, термин «разлагаемые в окружающей среде или биологически разлагаемые полимерные соединения» относится к компонентам основы жевательной резинки, которые после выбрасывания жевательной резинки способны подвергаться физическому, химическому и/или биологическому разрушению, при этом отходы выброшенной жевательной резинки становятся более легко удаляемыми из места выбрасывания или, в конечном счете, разрушаются до комочков или частиц, которые больше не рассматриваются как остатки жевательной резинки. Разложение или разрушение таких разлагаемых полимеров может быть вызвано или индуцировано физическими факторами, такими как температура, свет, влага, или химическими факторами, такими как гидролиз, вызванный изменением pH или действием подходящих ферментов, способных разлагать полимеры. В других используемых вариантах осуществления все полимерные компоненты основы жевательной резинки являются разлагаемыми в окружающей среде или биоразлагаемыми полимерами.

Соответственно, подходящие примеры дополнительных разлагаемых в окружающей среде или биологически разлагаемых полимеров основы жевательной резинки, которые могут использоваться в соответствии с основой жевательной резинки по настоящему изобретению, включают разлагаемые сложные полиэфиры, поликарбонаты, полиэфирные амиды, полипептиды, гомополимеры аминокислот, такие как полилизин, и белки, включая их производные, такие, например, как гидролизаты белков, включая гидролизат зеина. Особенно полезные соединения данного типа включают сложные полиэфирные полимеры, получаемые полимеризацией одного или нескольких циклических сложных эфиров, таких как лактид, гликолид, триметиленкарбонат, δ-валеролактон, β-пропиолактон и ε-капролактон. Такие разлагаемые полимеры могут представлять собой гомополимеры, сополимеры или терполимеры, включая графт- или блок-сополимеры.

В соответствии с данным изобретением используемые компоненты основы жевательной резинки могут включать одно или несколько смолистых соединений, вносящих свой вклад в получение желаемых жевательных свойств и выступающих в качестве пластификаторов эластомеров композиции основы жевательной резинки. В настоящем контексте, полезные эластомерные пластификаторы включают синтетические смолы, такие как поливинилацетат (PVAc), имеющий среднюю молекулярную массу, определенную с использованием гельпроникающей хроматографии, в диапазоне от 2000 до примерно 90000, например в диапазоне от 3000 до 80000, и природные смолы, такие как природные сложные эфиры канифолей, часто упоминаемые как сложноэфирные камеди, включая в качестве примеров глицериновые сложные эфиры частично гидрированных канифолей, глицериновые сложные эфиры полимеризованных канифолей, глицериновые сложные эфиры частично димеризованных канифолей, глицериновые сложные эфиры маркированных маслянистых канифолей, пентаэритритные сложные эфиры частично гидрированных канифолей, метиловые сложные эфиры канифолей, частично гидрированные метиловые сложные эфиры канифолей, пентаэритритные сложные эфиры канифолей. Другие полезные смолистые соединения включают синтетические смолы, такие как терпеновые смолы, полученные из альфа-пинена, бета-пинена и/или d-лимонена, природные терпеновые смолы и любые подходящие комбинации вышеуказанного. Предпочтительные эластомерные пластификаторы также будут изменяться в зависимости от конкретного применения и от типа используемого эластомера(ов).

Состав основы жевательной резинки может, при желании, включать один или несколько наполнителей/структурирующих агентов, включая, в качестве примеров, карбонат магния и кальция, сульфат натрия, измельченный известняк, силикатные соединения, такие как силикат магния и алюминия, каолин и глину, оксид алюминия, оксид кремния, тальк, оксид титана, моно-, ди- и трикальций фосфаты, полимеры целлюлозы, такие как древесина и их сочетания.

Наполнители/структурирующие агенты могут также включать природные органические волокна, такие как фруктовые растительные волокна, волокна зерна, риса, целлюлозу и их сочетания.

Композиция основы жевательной резинки может в соответствии с настоящим изобретением вклю-

чать один или несколько смягчающих агентов (мягчителей), например сложные полиэфиры сахарозы, включая описанные в WO 00/25598, включенном в настоящее описание в качестве ссылки, твердый жир, гидрированный твердый жир, гидрированные и частично гидрированные растительные масла, масло какао, моностеарат глицерина, триацетат глицерина, лецитин, моно-, ди- и триглицериды, ацелированные моноглицериды, жирные кислоты (например, стеариновую, пальмитиновую, олеиновую и линолевую кислоты) и их комбинации. Как использовано в данном описании, термин «смягчающий агент (мягчитель)» обозначает ингредиент, который смягчает основу жевательной резинки или композицию жевательной резинки и включает в себя воски, жиры, масла, эмульгаторы, поверхностно-активные вещества и солюбилизаторы.

Для дополнительного смягчения основы жевательной резинки и для обеспечения ее связывающими воду свойствами, которые придают основе жевательной резинки приятную гладкую поверхность и снижают ее адгезивные свойства, обычно к композиции добавляют один или несколько эмульгаторов, обычно в количестве от 0 до 18 вес.%, предпочтительно от 0 до 12 вес.% от основы жевательной резинки. Моно- и диглицериды пищевых жирных кислот, сложные эфиры молочной кислоты и сложные эфиры уксусной кислоты моно-, ди- и триглицеридов пищевых жирных кислот, ацелированные моно- и диглицериды, сложные эфиры сахаров и пищевых жирных кислот, Na-, K-, Mg- и Ca-стеараты, лецитин, гидроксилированный лецитин и тому подобное представляют собой примеры обычно используемых эмульгаторов, которые могут быть добавлены к основе жевательной резинки. В случае присутствия биологически или фармацевтически активного ингредиента, как описано ниже, состав может включать некоторые специфические эмульгаторы и/или солюбилизаторы для диспергирования и высвобождения активного ингредиента.

Воски и жиры обычно используются для регулирования консистенции и для смягчения основы жевательной резинки при получении основы жевательных резинок. В настоящем изобретении можно использовать любые обычно используемые и подходящие типы воска и жира, такие как, например, воск рисовых отрубей, полиэтиленовый воск, петролейный воск (очищенный парафин и микрокристаллический воск), парафин, пчелиный воск, карнубский воск, канделильский воск, масло какао, обезжиренный порошок какао и любое подходящее масло или жир, как, например, полностью или частично гидрированные растительные масла или полностью или частично гидрированные животные жиры.

В варианте осуществления изобретения основа жевательной резинки не содержит воска.

Кроме того, композиция состава основы жевательной резинки может в соответствии с настоящим изобретением включать красители и отбеливатели, такие как красители FD&C типа и пигменты красноватого оттенка, фруктовые и растительные экстракты, диоксид титана и их сочетания. Далее полезные компоненты основы жевательной резинки включают антиоксиданты, например бутилированный гидрокситолуол (BHT), бутилгидроксанизол (BHA), пропилгаллат и токоферолы, и консерванты.

Композиция составов основы жевательной резинки, которую смешивают с добавками для жевательной резинки, как определено ниже, может существенно изменяться в зависимости от конкретного получаемого продукта и от желаемых жевательных и других органолептических характеристик конечного продукта. Однако типичные диапазоны (вес.%) вышеуказанных компонентов основы жевательной резинки составляют: от 5 до 50 вес.% эластомерных соединений, от 5 до 55 вес.% эластомерных пластификаторов, от 0 до 50 вес.% наполнителя/структурирующего агента, от 5 до 35 вес.% мягчителя и от 0 до 1 вес.% смешанных ингредиентов, таких как антиоксиданты, красители и т.д.

Состав центральной части жевательной резинки включает, в дополнение к вышеуказанным не растворимым в воде компонентам основы жевательной резинки, обычно водорастворимую часть, включающую круг добавок к жевательной резинке. В настоящем контексте термин «добавка к жевательной резинке» используется для обозначения любого компонента, который в способе получения обычной жевательной резинки добавляется к основе жевательной резинки. Основная часть таких обычно используемых добавок является водорастворимой, но также могут быть включены не растворимые в воде компоненты, такие, например, как не растворимые в воде вкусовые добавки.

В настоящем контексте добавки к жевательной резинке включают объемные подсластители, высокоинтенсивные подсластители, вкусовые агенты, мягчители, эмульгаторы, красители, связывающие агенты, подкисляющие вещества, наполнители, антиоксиданты и другие компоненты, такие как фармацевтически или биологически активные вещества, придающие желаемые свойства конечному продукту жевательной резинки.

Подходящие объемные подсластители включают как сахарные, так и несахарные компоненты подсластители. Объемные подсластители обычно составляют от 5 до 95 вес.% жевательной резинки, более типично от примерно 20 до примерно 80 вес.%, например от 30 до 60 вес.% жевательной резинки.

Используемые сахарные подсластители представляют собой сахаридосодержащие компоненты, обычно известные в области жевательной резинки, включая, но не ограничиваясь этим, сахарозу, декстрозу, мальтозу, декстрины, трегалозу, D-тагатозу, сухой инвертный сахар, фруктозу, левулозу, галактозу, твердые вещества кукурузного сиропа и тому подобное, по отдельности или в комбинации.

Сорбит можно использовать в качестве несахарного подсластителя. Другие используемые несахарные подсластители включают, но не ограничиваются этим, другие сахарные спирты, такие как маннит,

ксилит, гидрированные гидролизаты крахмала, мальтит, изомальтит, эритрит, лактит и тому подобное, по отдельности или в комбинации.

Высокоинтенсивные искусственные подсластители могут использоваться по отдельности или в комбинации с вышеуказанными подсластителями. Предпочтительные высокоинтенсивные подсластители включают, но не ограничиваются этим, сукралозу, аспартам, соли ацесульфамата, алитам, сахарин и его соли, цикламат и ее соли, глицирризин, дигидрохальконы, тауматин, монеллин, стероид и тому подобное, по отдельности или в комбинации. Для обеспечения более продолжительного ощущения сладости и вкуса может быть желательно инкапсулировать или контролировать каким-либо другим образом высвобождение по крайней мере части искусственных подсластителей. Методы, такие как влажное гранулирование, гранулирование с воском, сушка распылением, распыление с охлаждением, нанесение покрытия в псевдооживленном слое, консервирование, инкапсулирование в дрожжевых клетках и экструзия волокна, можно использовать для достижения требуемых характеристик высвобождения.

Инкапсулирование подсластителей также можно обеспечить при использовании другого компонента жевательной резинки, такого как смолистое соединение.

Используемый уровень искусственного подсластителя будет существенно изменяться и зависеть от таких факторов, как эффективность подсластителя, скорость высвобождения, желаемая сладость продукта, уровень и тип используемого вкусового агента, и соображений стоимости. Таким образом, фактический уровень искусственного подсластителя может изменяться от примерно 0,02 до примерно 8 вес.%. Когда включены носители, используемые для инкапсулирования, используемый уровень инкапсулированного подсластителя будет пропорционально выше. В составе жевательной резинки, получаемой согласно изобретению, можно использовать комбинации сахарного и/или несахарного подсластителей. Кроме того, дополнительную сладость также может обеспечивать мягчитель, такой как водный сахар или растворы альдита.

Если желательна низкокалорийная жевательная резинка, можно использовать низкокалорийный наполнитель. Примеры низкокалорийных наполнителей включают полидекстрозу, рафтилозу (Raftilose), рафтилин (Raftilin), фруктовые олигосахариды (NutraFlora®), палатинозные олигосахариды, гидролизаты гуаровой камеди (например, Sun Fiber®) или неперевариваемые декстрины (например, Fibesol®). Однако также можно использовать другие низкокалорийные наполнители.

Дополнительные добавки к жевательной резинке, которые могут быть включены в жевательную резинку согласно настоящему изобретению, включают поверхностно-активные вещества и/или солюбилизаторы, особенно в том случае, когда присутствуют фармацевтически или биологически активные ингредиенты. Примеры типов поверхностно-активных веществ для применения в качестве солюбилизаторов в композиции жевательной резинки согласно изобретению приведены в ссылке H.P. Fieder, *Lexikon der Hilfsstoffe für Pharmazie, Kosmetik und Angrenzende Gebiete*, стр. 63-64 (1981) и в перечнях утвержденных пищевых эмульгаторов отдельных стран. Можно использовать анионные, катионные, амфотерные или неионогенные солюбилизаторы. Подходящие солюбилизаторы включают лецитин, полиоксиэтиленстеарат, сложные эфиры полиоксиэтилensorбита и жирных кислот, соли жирных кислот, сложные эфиры моно- и диацетилвинной кислоты моно- и диглицеридов пищевых жирных кислот, сложные эфиры лимонной кислоты моно- и диглицеридов пищевых жирных кислот, сложные эфиры сахарозы и жирных кислот, полиглицериновые сложные эфиры жирных кислот, полиглицериновые сложные эфиры трансэтерифицированной кислоты касторового масла (E476), стеароиллатилат натрия, лаурилсульфат натрия, сложные эфиры сорбита и жирных кислот и полиоксиэтилированное гидрированное касторовое масло (например, продукт, продаваемый под торговым наименованием CREMOPHOR), блок-сополимеры этиленоксида и пропиленоксида (например, продукты, продаваемые под торговыми названиями PLURONIC и POLOXAMER), полиоксиэтиленовые простые эфиры жирных спиртов, полиоксиэтиленовые сложные эфиры сорбита и жирных кислот, сложные эфиры сорбита и жирных кислот и полиоксиэтиленовые сложные эфиры стеариновой кислоты.

Особенно подходящими солюбилизаторами являются полиоксиэтиленстеараты, такие, например, как полиоксиэтилен(8)стеарат и полиоксиэтилен(40)стеарат, сложные эфиры полиоксиэтилensorбита и жирных кислот, продаваемые под торговым названием TWEEN, например TWEEN 20 (монолаурат), TWEEN 80 (моноолеат), TWEEN 40 (монопальмитат), TWEEN 60 (моностеарат) или TWEEN 65 (тристеарат), сложные эфиры моно- и диацетилвинной кислоты моно- и диглицеридов пищевых жирных кислот, сложные эфиры лимонной кислоты моно- и диглицеридов пищевых жирных кислот, стеароиллатилат натрия, лаурилсульфат натрия, полиоксиэтилированное гидрированное касторовое масло, блок-сополимеры этиленоксида и пропиленоксида и полиоксиэтиленовые простые эфиры жирных спиртов. Солюбилизатор может представлять собой либо отдельное соединение, либо комбинацию нескольких соединений. В присутствии активного ингредиента жевательная резинка предпочтительно также может включать носитель, известный в данной области.

Центральные части жевательной резинки согласно настоящему изобретению могут содержать ароматические агенты и вкусовые агенты, включая природные и синтетические ароматизаторы, например, в виде природных растительных компонентов, эфирных масел, эссенций, экстрактов, порошков, включая кислоты и другие вещества, способные влиять на вкусовой профиль. Примеры жидких и порошкообраз-



ных ароматизаторов включают кокос, кофе, шоколад, ваниль, грейпфрут, апельсин, лайм, ментол, лакрицу, карамельную отдушку, медовую отдушку, арахис, грецкий орех, кешью, фундук, миндаль, ананас, клубнику, малину, тропические фрукты, вишню, корицу, мяту перечную, винтегрин (зимлобку), мяту курчавую, эвкалипт, мяту, фруктовые эссенции, такие как эссенции яблока, груши, персика, клубники, абрикоса, малины, вишни, ананаса и сливы. Эфирные масла включают масло мяты перечной, мяты курчавой, ментол, эвкалиптовое масло, гвоздичное масло, лавровое масло, анисовое, тимьяновое, кедровое масло, масло мускатного ореха и масла вышеуказанных фруктов.

Вкусовой агент жевательной резинки может представлять собой природный ароматизатор, который является продуктом лиофильной сушки, предпочтительно в виде порошка, ломтиков, кусочков или их сочетания. Размер частиц может быть менее 3 мм, например меньше 2 мм, более предпочтительно меньше 1 мм, из расчета на наиболее длинный размер частицы. Природный ароматизатор может быть в такой форме, где размер частицы составляет от примерно 3 мкм до 2 мм, например от 4 мкм до 1 мм. Предпочтительные природные ароматизаторы включают семена фруктов, например клубники, ежевики и малины.

Различные синтетические ароматизаторы, такие как смешанные фруктовые ароматизаторы, также можно использовать в центральных частях настоящей жевательной резинки. Как указано выше, ароматизирующий агент может использоваться в меньшем количестве, чем обычно используемое. Ароматические агенты и/или вкусовые агенты можно использовать в количестве от 0,01 до примерно 30% по весу конечного продукта, в зависимости от желаемой интенсивности используемого аромата и/или вкуса. Предпочтительно содержание ароматизатора/вкусового агента находится в диапазоне от 0,2 до 3% по весу от общей композиции.

В одном варианте осуществления композиция центральной части жевательной резинки включает фармацевтически или биологически активное вещество. Примеры таких активных веществ, всеобъемлющий список которых можно найти, например, в WO 00/25598, который включен в данное описание в качестве ссылки, включают лекарственные средства, диетические добавки, антисептические агенты, регулирующие pH агенты, агенты против курения и вещества для ухода или лечения полости рта и зубов, такие как перекись водорода и соединения, способные высвобождать мочевины во время жевания. Примеры активных веществ в качестве агентов, регулирующих pH в полости рта, включают кислоты, такие как адипиновая кислота, янтарная кислота, фумаровая кислота, или их соли или соли лимонной кислоты, винной кислоты, яблочной кислоты, уксусной кислоты, молочной кислоты, фосфорной кислоты и глутаровой кислоты, и приемлемые основания, такие как карбонаты, гидрокарбонаты, фосфаты, сульфаты или оксиды натрия, калия, аммония, магния или кальция, особенно магния и кальция.

Центральная часть покрытой оболочкой жевательной резинки согласно изобретению может иметь любой вид, форму или величину, что позволяет покрывать оболочкой центральную часть жевательной резинки с использованием обычных способов нанесения покрытия. Соответственно, центральная часть жевательной резинки, например, может быть в виде гранулы, подушечки, пластинки, таблетки, ломтика, пастилки, пилюли, шара и сферы.

Теперь изобретение будет описано более подробно с помощью следующих неограничивающих примеров и фигур.

На фиг. 1 показано сравнение синтезированного заменителя смолы с PVAc путем анализа данных по вязкости относительно скорости сдвига.

На фиг. 2 - амплитуда частоты для динамического модуля упругости и модуля механических потерь для стандартной основы жевательной резинки (101) и основ жевательных резинок, полученных на основе синтезированных заменителей смол: заменителя смолы 1 (102) и заменителя смолы 2 (103).

На фиг. 3 - профили жевательной резинки стандарта и образцов, содержащих синтезированные заменяемые заменители смол: заменитель смолы 1 (102) и заменитель смолы 2 (103).

На фиг. 4 и 5 - реологические измерения стандартной основы жевательной резинки (107) и основы жевательной резинки, в которой PVAc и природная смола заменены на заменитель смолы 1 (108) и заменитель смолы 2 (109), на примере измерения вязкости относительно скорости сдвига (фиг. 4) и комплексной эластичности ( $G^*$ ) и тангенса ( $\delta$ ) относительно частоты (фиг. 5).

На фиг. 6 - профиль жевательной резинки стандарта (107) и образцов, содержащих заменитель смолы 2 в количествах 20% (108) и 35% (109).

На фиг. 7 - профиль органолептического анализа стандарта (107) и образцов, содержащих заменитель смолы 2 в количествах 20% (108) и 35% (109) (первоначальная фаза).

На фиг. 8 - профиль органолептического анализа стандарта (107) и образцов, содержащих заменитель смолы 2 в количествах 20% (108) и 35% (109) (промежуточная фаза).

На фиг. 9 - профиль органолептического анализа стандарта (107) и образцов, содержащих заменитель смолы 2 в количествах 20% (108) и 35% (109) (конечная фаза).

На фиг. 10 - разложение заменителя смолы, измеренное как потеря Mn в виде функции времени.

Пример 1. Молекулярная масса (Mn) и температура стеклования поли(винилацетата).

Были проведены измерения с помощью ГПХ (гельпроникающая хроматография) и ДСК (дифференциальная сканирующая калориметрия) для оценки среднечисловой молекулярной массы (Mn) и температуры стеклования (Tg) поли(винилацетатной) (PVAc) смолы, обычно используемой в качестве ин-

градиента основы жевательной резинки. Среднечисловая молекулярная масса ( $M_n$ ) PVAc составляла 5,130 г/моль, и температура стеклования ( $T_g$ ) составляла 33°C.

Пример 2. Модельные соединения.

Для идентификации надлежащего соотношения сополимеров, которые будут составлять разлагаемый материал с термическими характеристиками, подобными PVAc, проводили ряд реакций для двух целевых молекулярных масс, а именно 3000 г/моль и 5000 г/моль, варьируя соотношение мономеров при загрузке. Далее представлен иллюстративный пример способа, использованного для модельных сополимеризаций.

Все стеклянное оборудование и перемешивающие устройства высушивали при 200°C в течение ночи перед употреблением. Полимеризацию модельных соединений проводили аккуратно в 40 мл тест-ампулах, оборудованных соединениями 24/40. В реакционный сосуд добавляли надлежащие количества мономеров  $\epsilon$ -капролактона (CAP) и D,L-лактида (DLL) и катализатора - октоата двухвалентного олова (SO) ( $1,4 \times 10^{-4}$  моль SO/моль мономера), вместе с небольшой покрытой тефлоном мешалкой.

Итог ДСК результатов вышеуказанной модельной полимеризации соединений показан в табл. 1.  $T_g$  полученного материала снижалась при увеличении содержания CAP в загрузке. В табл. 1 показана полученная  $T_g$  для каждого соотношения сополимеров. Все данные для  $T_g$  измеряли на втором нагревающем режиме сканирования в ДСК эксперименте при скорости нагревания 10°C/мин.

Таблица 1

Образец	Мол. % CAP в загрузке	$T_g$ (°C)
A	2	29
B	10	23
C	15	19
D	20	11
E	5	38
F	10	30
G	12	26
H	15	22
PVAc	na	33

Пример 3. Большие порции для анализа основы жевательной резинки.

Были синтезированы две большие порции сополимера с целевой молекулярной массой 3000 г/моль и 5000 г/моль в обоих случаях при соотношении загружаемых мономеров, содержащем 10% CAP. Как и ранее, все стеклянное оборудование и перемешивающие устройства сушили при 200°C в течение ночи перед употреблением. Обе крупномасштабные реакции проводили в 1 л реакционном сосуде, оборудованном трехгорлой насадкой. Надлежащие количества CAP и DLL мономеров добавляли в реакционную колбу в надлежащих соотношениях, как указано в табл. 2.

ДСК и ГПХ анализ полученного материала показал, что  $T_g$  сополимеров составляла 23 и 31°C, тогда как молекулярная масса составляла 3500 и 5600 г/моль соответственно.

DECGATE  $^{13}\text{C}$  ЯМР анализ полученного материала показал, что внедрение CAP в сополимеры составляет 9,3 и 7,65 мол. %.

Таблица 2

	% CAP в загрузке	$T_g$	$M_n$
3K	9,3%	23	3500
5K	7,6%	31	5600

Пример 4. Получение основы жевательной резинки.

Для исследования двух порций сополимера, полученных в примере 3, получали основу жевательной резинки. Таким образом, в различных составах основы жевательной резинки были протестированы синтезированные заменители смолы: поли(DL-лактид-со- $\epsilon$ -капролактон), имеющий  $M_n$  3500 г/моль и  $T_g=23^\circ\text{C}$  (обозначенный 3K в примере 3), и поли(DL-лактид-со- $\epsilon$ -капролактон), имеющий  $M_n$  5600 г/моль и  $T_g=31^\circ\text{C}$  (обозначенный 5K в примере 3).

Различные основы жевательной резинки получали в соответствии с приведенной ниже табл. 3. Количества в композиции приведены в процентах по весу.

Таблица 3

	Стандарт (101)	Заменитель смола 1 (102)	Заменитель смола 2 (103)	Стандарт (107)	20% Заменитель смола 2 (108)	35% Заменитель смола 2 (109)
Эластомер	18%	18%	18%	18%	18%	18%
PVAc	20%	–	–	20%	–	–
Заменитель смола 1	–	20%	–	–	–	–
Заменитель смола 2	–	–	20%	–	20%	35%
Природная смола	20%	20%	20%	20%	20%	5%
Мягчитель	25%	25%	25%	25%	25%	25%
Наполнитель	17%	17%	17%	17%	17%	17%

Заменитель смолы 1: поли(DL-лактид-со-ε-капролактон) с  $M_n$  3500 г/моль и  $T_g=23^\circ\text{C}$ .

Заменитель смолы 2: поли(DL-лактид-со-ε-капролактон) с  $M_n$  5600 г/моль и  $T_g=31^\circ\text{C}$ .

Пример 5. Сравнение синтезированных заменителей смолы с PVAc.

Два синтезированных разлагаемых заменителя смолы из примера 3 оценивали в отношении вязкости относительно скорости сдвига и сравнивали с PVAc с использованием реометра типа AR1000 от TA (непрерывное движение потока при  $100^\circ\text{C}$ ). Результат такой оценки приведен на фиг. 1. Четко видно, что заменитель смолы 2 является более близким по вязкости к PVAc, чем заменитель смолы 1. Вязкость является важным параметром как с точки зрения свойств конечной структуры жевательной резинки, так и свойств при обработке основы жевательной резинки и жевательной резинки.

Пример 6. Оценка динамического модуля упругости, модуля механических потерь и тангенса ( $\delta$ ) для основ жевательных резинок, полученных с использованием синтезированных заменителей смолы.

Оценивали модуль упругости ( $G'$ ) и модуль механических потерь ( $G''$ ) образцов двух основ жевательных резинок, полученных с использованием синтезированных заменителей смолы (образцы 102 и 103, пример 4, табл. 3) и стандартной основы жевательной резинки, полученной с использованием PVAc (образец 101, пример 4, табл. 3). Реологические свойства (амплитуда частоты при  $70^\circ\text{C}$ ) определяли с использованием реометра типа AR1000 от TA Instruments. Измерения частоты проводили при нагрузке в пределах линейной вязкоэластичной области при температуре  $70^\circ\text{C}$  с использованием параллельной системы пластин ( $d=2,0$  см, огороженные).

Результаты данных измерений показаны на фиг. 2. Из данных фиг. 2 ясно видно, что образцы основы жевательной резинки 102 и 103, содержащие разлагаемые заменители смолы - заменитель смолы 1 и заменитель смолы 2, соответственно, очень близки по данным параметрам к стандартной основе жевательной резинки (образец 101). Таким образом, при измерении пластичности (модуль механических потерь) и эластичности (модуль упругости) можно видеть, что основы жевательной резинки, включающие синтезированные заменители смолы, аналогичны стандартной основе жевательной резинки. Пластичность и эластичность представляют собой параметры, существенные для текстуры конечной жевательной резинки. Из данных, приведенных на фиг. 2, также можно видеть, что образец основы жевательной резинки, содержащий заменитель смолы 2, более близок к стандарту по данным параметрам.

Пример 7. Профиль жевания.

Оценивали профиль жевания образцов жевательной резинки, содержащих основы жевательной резинки, включающие синтезированные разлагаемые заменители смолы - заменитель смолы 1 и заменитель смолы 2 (образцы 102 и 103, соответственно). Центральные части жевательной резинки пережевывали в устройстве для жевания (CF Jansson). Частота жевания была установлена при 1 Гц, в качестве слюны использовали pH буфер и температуру устанавливали при  $37^\circ\text{C}$ . Время жевания устанавливали равным 15, 30, 60 и 120 с. После жевания пережеванную жвачку измеряли на реометре типа AR1000 от TA Instruments с частотным сканированием. Результаты данных измерений представлены на фиг. 3, где изображены комплексная эластичность ( $G^*$ ) и тангенс ( $\delta$ ) относительно времени жевания, иллюстрируя изменения текстуры во время жевания.

Из комплексной эластичности на фиг. 3 ясно видно, что оба образца, содержащие синтезированные разлагаемые заменители смолы - заменитель смолы 1 (102) и заменитель смолы 2 (103), очень близки к стандартной жевательной резинке (101) при той тенденции, что заменитель смолы 2 (103) наиболее близок к стандарту. Данные наблюдения подтверждают реологические данные, полученные выше в примере 5.

## Пример 8. Твердость.

Сравнивали твердость двух образцов жевательной резинки, содержащих синтезированные разлагаемые заменители смолы: заменитель смолы 1 и заменитель смолы 2 (образцы 102 и 103, соответственно), с твердостью полученной стандартной жевательной резинки. Твердость тестируемых образцов исследовали в тесте нагрузки при сжатии с использованием устройства Instron с 4 мм DIA цилиндром из нержавеющей стали при скорости 25 мм/мин и тестируемом расстоянии вглубь жевательной резинки, составляющем 3,5 мм.

Результаты испытаний (Н) в данном эксперименте показаны ниже в табл. 4.

Таблица 4

	Твердость (Н) среднее из 5	Стандартное отклонение (Н)
Стандартная жевательная резинка (101)	10,9	2,0
Образец с заменителем смолы 1 (102)	7,9	1,2
Образец с заменителем смолы 2 (103)	10,4	2,1

Как можно видеть из вышеуказанной табл. 4, образцы жевательной резинки, содержащие заменители смолы 1 и 2, очень близки по твердости к стандартной жевательной резинке. Основа жевательной резинки с заменителем смолы 2 наиболее близка к стандартной основе жевательной резинки. Данные наблюдения подтверждают реологические данные, полученные в примере 5 (вязкость) и примере 7 (комплексная эластичность).

## Пример 9. Замена в основе жевательной резинки синтетической смолы PVAc и природной смолы.

Эксперимент был проведен для того, чтобы исследовать, будет ли синтезированный заменитель смолы - заменитель смолы 2, подходящим для замены как синтетической смолы PVAc, так и природной смолы, используемых в основе жевательной резинки. Таким образом, стандартную основу жевательной резинки, содержащую 20% природной смолы и 20% PVAc (образец 107, табл. 4), сравнивали с основой жевательной резинки, содержащей 20% заменителя смолы 2 (заменяющей 20% PVAc) и 20% природной смолы (образец 108, табл. 4), и с основой жевательной резинки, содержащей 35% заменителя смолы 2 (заменяющей 20% PVAc и 15% природной смолы) и 5% природной смолы, соответственно. Таким образом, количество природной смолы в образце 109 было снижено на 75% по сравнению со стандартной основой жевательной резинки (образец 107). Соответственно, измеряли следующие реологические параметры с использованием реометра типа AR1000 от TA Instruments:  $G^*$  и тангенс дельта относительно частоты и вязкость относительно скорости сдвига.

Результаты данных реологических измерений показаны на фиг. 4 и 5.

Как можно видеть из фиг. 4, значения вязкости образцов основы жевательной резинки, содержащих 20 и 35% заменителя смолы (образцы 108 и 109), очень близки к стандартной основе жевательной резинки (образец 107).

В соответствии с фиг. 5, на которой показана амплитуда частоты  $G^*$  и тангенса дельта как функции частоты, можно видеть, что замена PVAc на заменитель смолы 2 (образец 108) приводит к основе жевательной резинки, которая близка к стандартной жевательной резинке (образец 107). Кроме того, из фиг. 5 видно, что замена как PVAc, так и 75% природной смолы (образец 109) на заменитель смолы 2 приводит к основе жевательной резинки, которая близка к стандартной жевательной резинке (образец 107) в отношении измеренных реологических свойств, хотя она несколько более плотная (выше  $G^*$ ) и пластичная (выше тангенса дельта).

## Пример 10. Замена PVAc и природной смолы в стандартном составе жевательной резинки.

Следующий эксперимент проводили для исследования основ жевательной резинки, в которых PVAc и природная смола были заменены на заменитель смолы 2, в стандартном составе мятной жевательной резинки (со вкусом мяты перечной).

Получали три состава жевательной резинки с использованием i) стандартной основы жевательной резинки, содержащей 20% PVAc и 20% природной смолы (образец 107, табл. 3), ii) основы жевательной резинки, содержащей 20% заменителя смолы 2 и 20% природной смолы (образец 108, табл. 3), и iii) основы жевательной резинки, содержащей 35% заменителя смолы 2 и 5% природной смолы (образец 109, табл. 3).

Стандартный состав мятной жевательной резинки получали в соответствии с перечисленным ниже в табл. 5.

Таблица 5

	% вес.
Основа жевательной резинки	41,50
Сорбит порошок	40,50
Мальтит сироп	5,50
Ксилит порошок	10,50
Масло мяты перечной	1,0
Ментол	0,30
Ментол порошок	0,20
Мята перечная порошок	0,20
Аспартам	0,20
Ацесульфам	0,10

Три полученных состава жевательной резинки оценивали в отношении  $G^*$  и тангенса ( $\delta$ ), измеренных в качестве профилей жевательной резинки.

На фиг. 6 показан профиль жевательной резинки стандарта (107) и образцов, содержащих заменитель смолы 2 в количестве 20% (108) и 35% (109).

Из фиг. 6 можно видеть, что два состава жевательной резинки с основной жевательной резинки, содержащей 20% заменителя смолы 2 (108) и 35% заменителя смолы 2 (109), несколько мягче в первоначальной фазе, т.е. до истечения 45 с после начала жевания. Через 60 с не имеется разницы между образцами 107 и 108. Значения тангенса ( $\delta$ ) для образцов 107 и 108 также подобны. Вышеуказанные реологические результаты подтверждают тот факт, что заменитель смолы 2 имеет аналогичные свойства при сравнении с PVAc.

Дополнительно оценивали твердость трех композиций жевательной резинки с использованием метода твердости по Инстрону (Instron). Результаты данных измерений показаны в табл. 6.

Таблица 6

Состав жевательной резинки	Твердость (Н) среднее из 5	Стандартное отклонение (Н)
Стандартная основа жевательной резинки (107)	20,4	0,7
Основа жевательной резинки, содержащая 20% зам.смолы 2 (108)	20,4	0,7
Основа жевательной резинки, содержащая 35% зам.смолы 2 (109)	27,1	0,6

Как можно видеть из табл. 6, полученные при измерениях твердости результаты подтверждают данные, полученные выше в примере 9, образец 108 имеет аналогичные свойства при сравнении со стандартом (107). Таким образом, можно видеть, что состав жевательной резинки, полученный на основе жевательной резинки, содержащей 35% заменителя смолы 2 (109), несколько тверже при первоначальном жевании по сравнению с образцами 107 и 108.

Пример 11. Анализ органолептического (сенсорного) профиля исследуемой жевательной резинки.

Три образца жевательных резинок были протестированы группой сенсорных экспертов в дегустационных кабинках, сделанных в соответствии с ISO 8598 стандартами, при комнатной температуре, где образцы подавали на стол в 40 мл безвкусных пластиковых чашках с бессистемными кодами из 3 цифр. Тестируемые образцы оценивали после жевания в течение 0-1 мин (первоначальная фаза), 2-3 мин (промежуточная фаза) и 4-5 мин (конечная фаза), соответственно. Между каждым протестированным образцом эксперту предоставлялся перерыв в 3 мин.

Оценивали следующие стандартные параметры: мятный вкус, ментол, интенсивность вкуса, прилипание к зубам, горечь, первоначальная мягкость, объем, мягкость, сладость, второстепенные замечания, гладкость и эластичность. Для каждого из этих параметров экспертам требовалось поставить оценку в соответствии с произвольной шкалой от 0 до 15. Полученные данные обрабатывали с использованием компьютерной программы FIZZ (French Bio System) и результаты переводили в диаграммы органолептического профиля, как показано на фиг. 7-9.

Основные различия между тестируемыми жевательными резинками во всех трех фазах были следующими.

Жевательная резинка, содержащая 20 и 35% заменителя смолы 2, показала более высокую мягкость по сравнению со стандартом, за исключением первоначальной мягкости, где 109 является наиболее твердым составом (подтверждая результаты твердости в примере 10 выше).

Жевательная резинка, содержащая 20 и 35% заменителя смолы 2, показала более низкую способность прилипать к зубам по сравнению со стандартным составом.

Было установлено, что эластичность и объем являются более низкими в образцах с заменителем смолы по сравнению со стандартом, что можно объяснить более мягкой и по сути более пластичной текстурой из-за пониженного количества природной смолы.

Пример 12. Тест неклеякости.

Клейкость основ жевательных резинок, представленная в табл. 3, была протестирована с применением прибора Instron с помощью SMS Chen-Hoseny оборудования для определения жесткости густой массы. Жевательную резинку жевали в течение 5 мин в машине для жевания перед измерениями. Условия, установленные на приборе Instron, были установлены так, что крейцкопф опускался при скорости 0,5 мм/с для контактирования с жевательной резинкой; зонд (нержавеющая сталь) затем приближали с использованием силы 10Н. По истечении времени удерживания, равному 5 с, ослабляли нагрузку. Скорость отдергивания зонда составляла 10 мм/с. Измеренная сила склеивания приведена в табл. 7.

Таблица 7

	Стандарт (101)	Заменитель смолы 1 (102)	Заменитель смолы 2 (103)	Стандарт (107)	20% Заменитель смолы 2 (108)	35% Заменитель смолы 2 (109)
Результат (Н) среднее	4,32	4,19	2,33	7,06	3,81	1,66
Стандартное отклонение	0,24	0,33	0,45	1,67	0,50	0,13

Ясно видно из данных табл. 7, что основы жевательной резинки, в которых PVAc заменен на заменитель смолы 2 (образцы 103), имели пониженную способность прилипать по сравнению со стандартной основой жевательной резинки (101) и образцом 102.

Кроме того, дополнительное снижение способности прилипать наблюдалось в том случае, когда PVAc и 75% природной смолы заменяли на заменитель смолы 2 (образец 109). Таким образом, для образца 109 способность прилипать составляла 1,66 по сравнению со стандартной основой жевательной резинки (107), где она составляла 7,06.

Разница в клейкости между двумя стандартными составами (101 и 107) вызвана разницей в возрасте двух резинок (101, 102, 103 - один и тот же возраст) (107, 108, 109 - один и тот же возраст).

Пример 13. Тест на разложение.

Заявленная жевательная резинка включает по крайней мере один разлагаемый сложный полиэфирный полимер.

Для исследования скорости разложения исследовали стабильность используемого полимера для замены - (поли(D,L-лактид-со-ε-капролактона).

Исследование стабильности проводили в комнате с контролируемым климатом при следующих условиях:

температура: 30°C

относительная влажность: 70%

Скорость разложения выражали в единицах потери молекулярной массы, измеренной методом гельпроникающей хроматографии (ГПХ).

На фиг. 10 показано, что через 50 дней хранения заменитель начинает разлагаться. Через 180 дней молекулярная масса заменителя уменьшается до приблизительно 10% от первоначального значения.

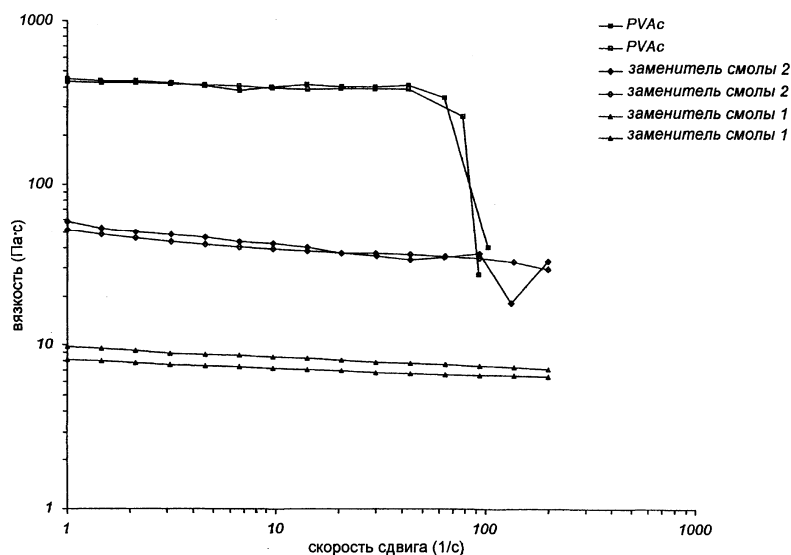
#### ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Основа жевательной резинки, включающая эластомер и смолу, где указанная смола содержит сополимер сложного полиэфира, получаемого полимеризацией циклических сложных эфиров, и где сополимер имеет температуру стеклования (T<sub>g</sub>) в интервале от 15 до 40°C.

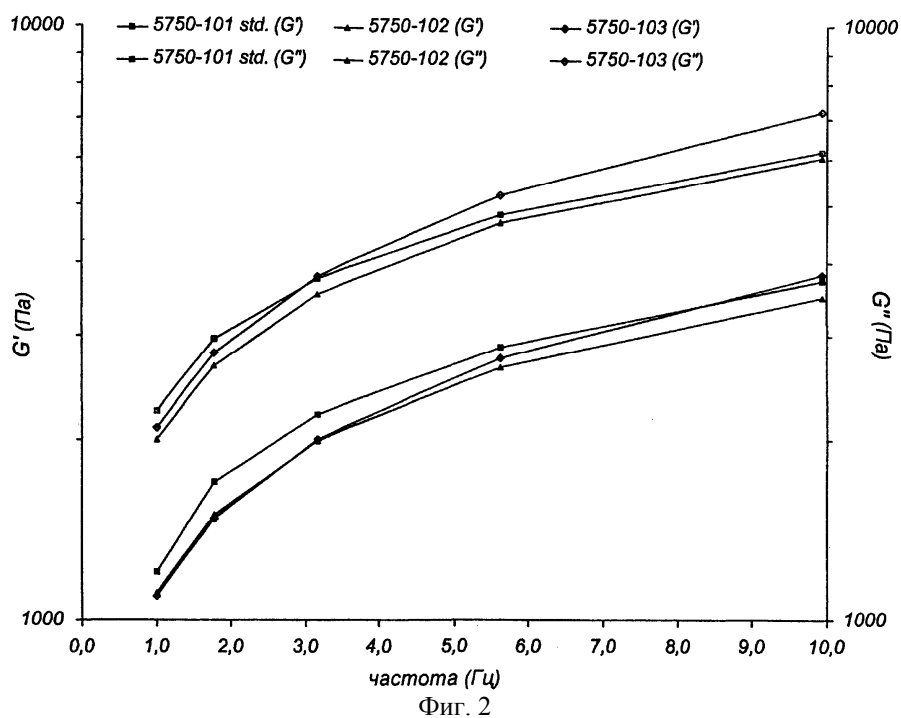
2. Основа жевательной резинки по п.1, где сополимер получают полимеризацией мономера с высокой T<sub>g</sub> и мономера с низкой T<sub>g</sub>.

3. Основа жевательной резинки по любому из пп.1 или 2, где мономер с высокой T<sub>g</sub> выбирают из группы мономеров, включающей D,L-лактид, L-лактид и гликолид; и мономер с низкой T<sub>g</sub> выбирают из группы мономеров, включающей ε-капролактон, δ-валеролактон, триметиленкарбонат (ТМС) и диоксанон.

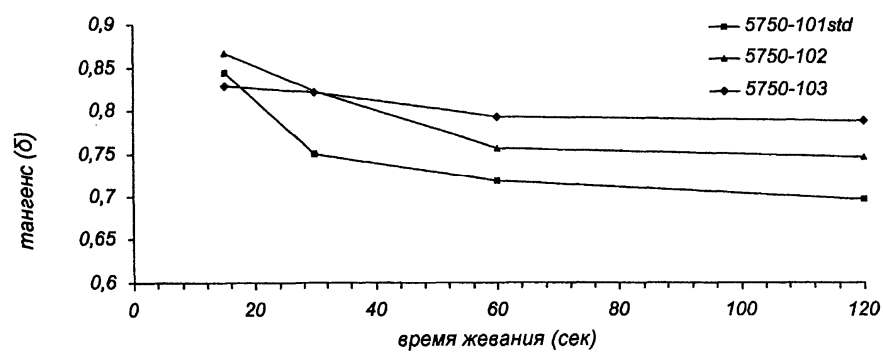
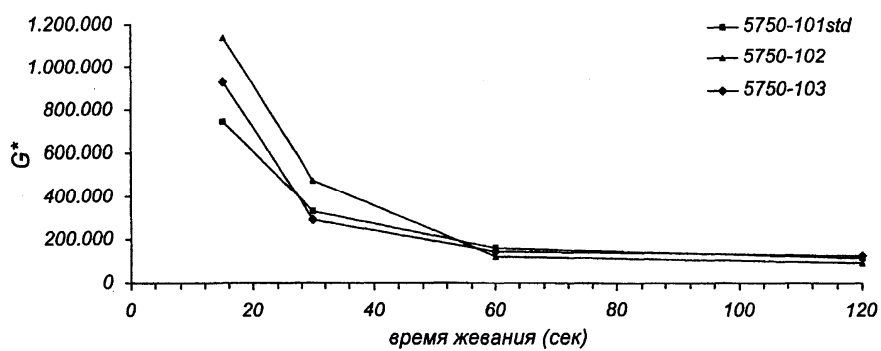
4. Основа жевательной резинки по любому из пп.1-3, где сополимером является сополимер D,L-лактида и  $\epsilon$ -капролактона.
5. Основа жевательной резинки по любому из пп.1-4, где сомономерное отношение между D,L-лактоном и  $\epsilon$ -капролактоном в сополимере колеблется в диапазоне от 80:20 до 99:1 (моль:моль).
6. Основа жевательной резинки по любому из пп.1-5, где молекулярная масса указанного сополимера колеблется в диапазоне 1500-9000 г/моль.
7. Основа жевательной резинки по любому из пп.1-6, где указанный сополимер является биоразлагаемым.
8. Основа жевательной резинки по любому из пп.1-7, где указанный сополимер является пластификатором эластомера жевательной резинки.
9. Жевательная резинка, включающая основу жевательной резинки по любому из пп.1-8 и добавки жевательной резинки.
10. Применение сополимера сложного полиэфира, который является сополимером сложных эфиров, выбранных из группы, включающей мономеры с высокой Tg D,L-лактид, L-лактид и гликолид; и мономеры с низкой Tg  $\epsilon$ -капролактон,  $\delta$ -валеролактон, триметиленкарбонат (TMC) и диоксанон, и имеет температуру стеклования (Tg) в интервале от 15 до 40°C, в качестве пластификатора эластомера жевательной резинки, содержащей эластомер.
11. Применение сополимера сложного полиэфира по п.10, где сополимером является сополимер D,L-лактида и  $\epsilon$ -капролактона.
12. Применение сополимера сложного полиэфира по п.10 или 11, где сомономерное отношение между D,L-лактоном и  $\epsilon$ -капролактоном в сополимере колеблется в диапазоне от 80:20 до 99:1 (моль:моль).
13. Применение сополимера сложного полиэфира по любому из пп.10-12, где молекулярная масса указанного сополимера колеблется в диапазоне 1500-9000 г/моль.
14. Способ получения жевательной резинки, включающий стадии получения основы жевательной резинки путем смешения по крайней мере одного эластомера и по крайней мере одной смолы и смешения указанной основы жевательной резинки с добавками для жевательной резинки, отличающийся тем, что указанная смола содержит сополимер сложного полиэфира, получаемого полимеризацией циклических сложных эфиров, и где сополимер имеет температуру стеклования (Tg) в интервале от 15 до 40°C, и является по крайней мере одной биоразлагаемой смолой, обладающей реологическими свойствами, по существу, соответствующими свойствам по крайней мере одной обычной бионеразлагаемой смолы, подходящей для жевательной резинки.
15. Способ получения жевательной резинки по п.14, где сополимер сложного полиэфира получают полимеризацией мономера с высокой Tg и мономера с низкой Tg.
16. Способ по п.14, где по крайней мере одна биоразлагаемая смола включает биоразлагаемый пластификатор эластомера по любому из пп.10-13.



Фиг. 1

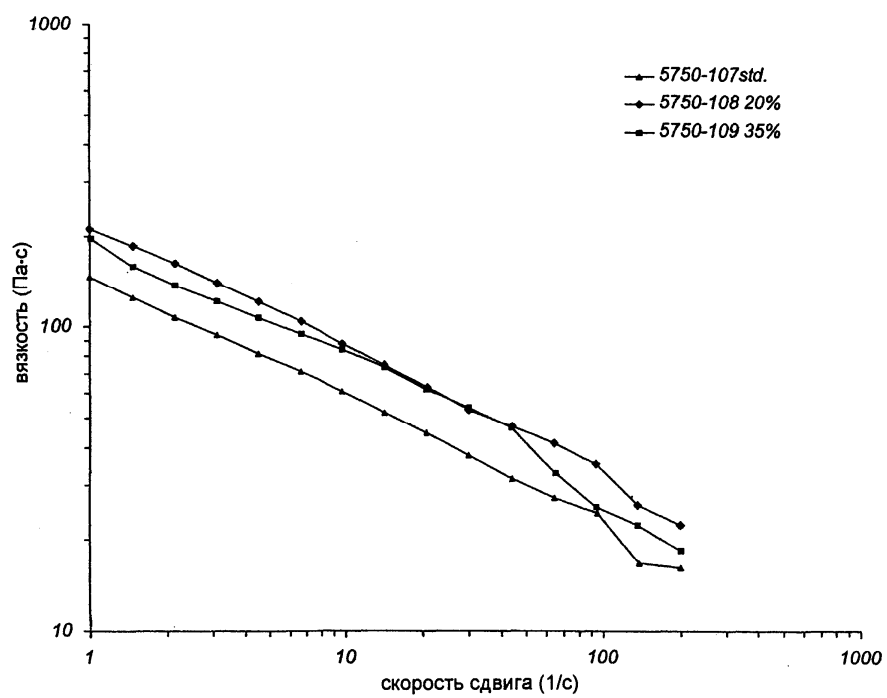


Фиг. 2

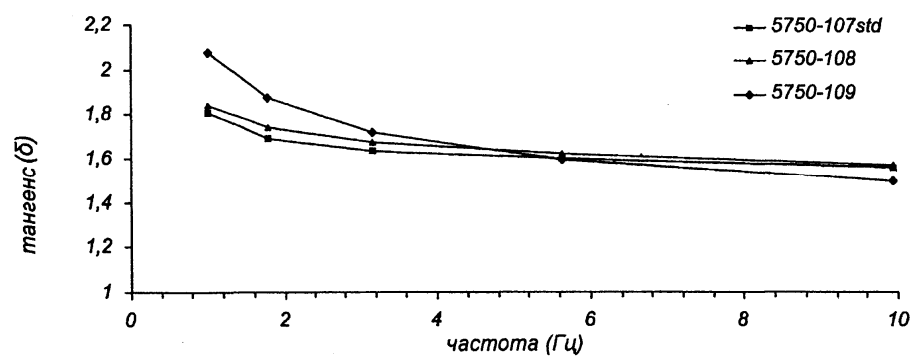
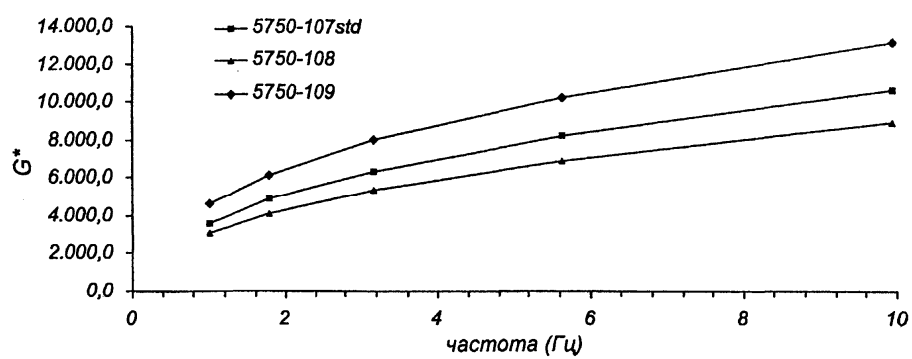


Фиг. 3

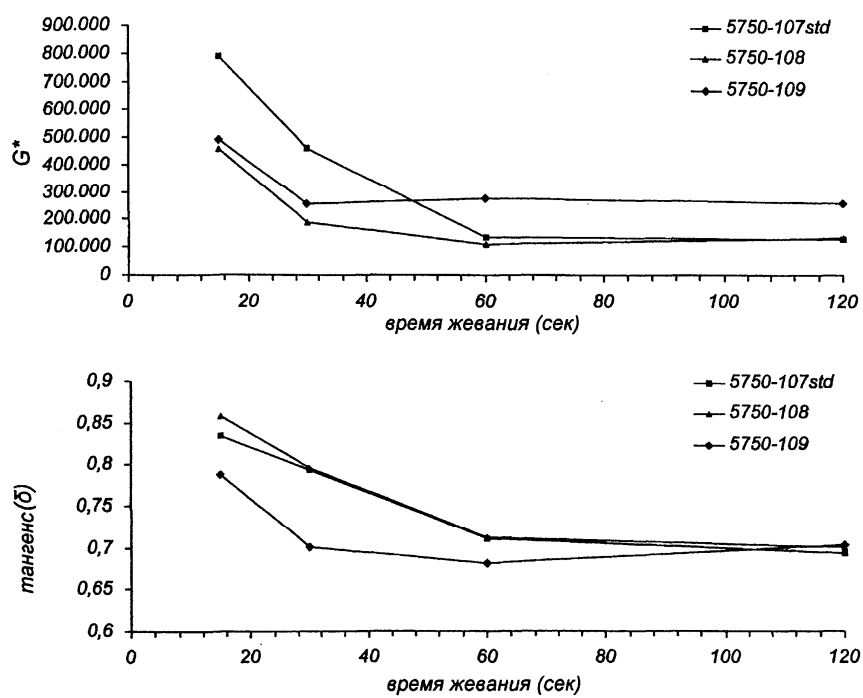




Фиг. 4

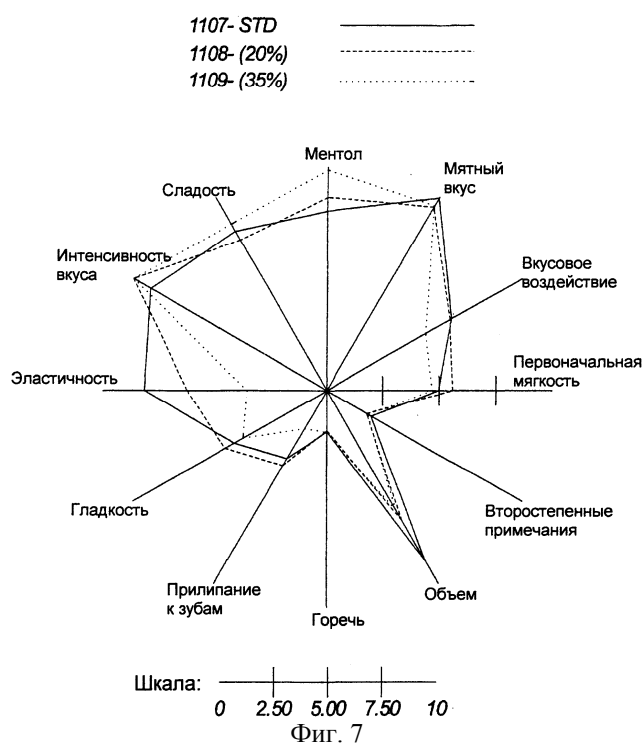


Фиг. 5



Фиг. 6

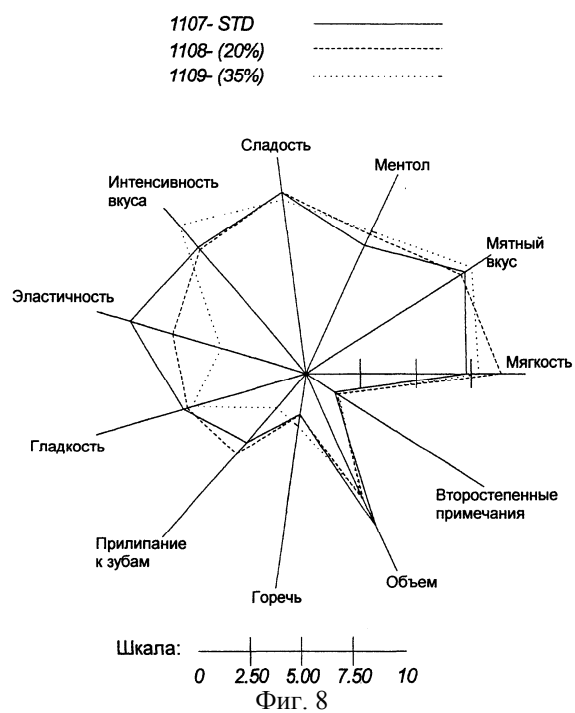
Первоначальная фаза



Фиг. 7

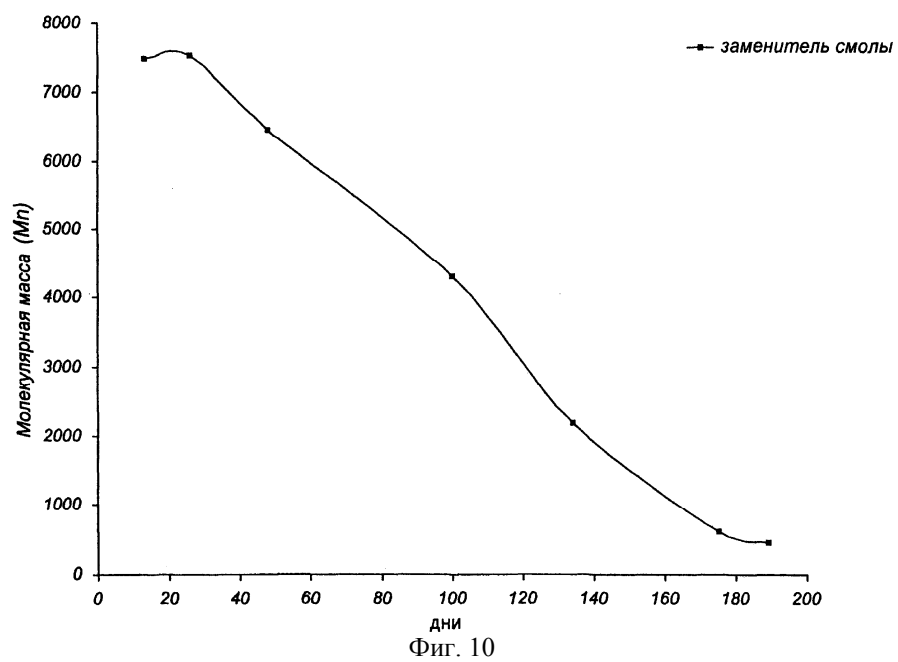
007772

Промежуточная фаза



Конечная фаза





Евразийская патентная организация, ЕАПВ

Россия, 109012, Москва, Малый Черкасский пер., 2/6