

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

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

(21) Číslo dokumentu:

2000 -2273

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **20.11.1998**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **22.12.1997**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **1997/352729**

(33) Země priority: **JP**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **15.11.2000**
(Věstník č. 11/2000)

(86) PCT číslo: **PCT/JP98/05237**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO99/32000**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁷:

A 23 L 1/236

(71) Přihlašovatel:

AJINOMOTO CO. INC., Tokyo, JP;

(72) Původce:

Ishada Hirotoshi, Kawasaki-shi, JP;

Nagai Takeshi, Kawasaki-shi, JP;

Takemoto Tadashi, Kawasaki-shi, JP;

Suzuki Yuichi, Kawasaki-shi, JP;

(74) Zástupce:

Korejzová Zdeňka JUDr., Spálená 29, Praha 1, 11000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

Sladidlo

(57) Anotace:

Sladidlo obsahuje jako účinné složky aspartam a acesulfam-K. Obsah acesulfamu-K ve sladidle je 5 až 90 % hmotnostních, vztaženo na celkové množství obou složek, přičemž průměr částic obou složek se volí v rozmezí, které umožní zvýšit rychlost rozpouštění směsi ve srovnání s rychlostí rozpouštění samotného aspartamu. S výhodou je střední průměr částic acesulfamu-K 250 mikrometrů nebo nižší a střední průměr částic aspartamu 500 mikrometrů nebo nižší.

CZ 2000 - 2273 A3

Sladidlo

Oblast techniky

Vynález se týká vysoce rozpustného sladidla, obsahujícího aspartam a acesulfam K jako účinné složky.

Dosavadní stav techniky

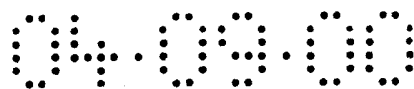
Uvádí se, že sladivost aspartamu APM, který je syntetickým sladidlem na bázi aminokyselin, je přibližně 200krát vyšší než sladivost sacharózy, pokud jde o hmotnostní poměr, jak je uvedeno ve zveřejněné japonské patentové přihlášce (Kokoku) č. 31031/1972. Při srovnávání se sacharózou, považovanou za standard pro vyhodnocení sladivosti je profil charakteristiky APM takový, že ze začátku po vložení do úst je sladivost malá, takže není vnímána tak záhy jako v případě sacharózy, pak však stoupá a daleko převyšuje sladivost sacharózy. V závislosti na těchto zkušenostech se použití APM navrhuje převážně tam, kde není zapotřebí okamžitě vnímat sladkost pokrmu a byla také navrhována řada zlepšení ve smyslu úpravy této sladivosti, tak aby byla vnímána dříve, tyto úpravy byly popsány např. ve zveřejněných japonských patentových přihláškách (Kokai) č. 148255/1981, 141760/1983, 220668/1983 apod., popisují se také postupy pro získání přirozenějšího profilu sladivosti, který by byl bližší profilu sacharózy, toho je možno dosáhnout např. použitím APM v kombinaci se sacharózou podle zveřejněné japonské patentové přihlášky (Kokai) č. 152862/1982.

Na druhé straně je acesulfam K, ACE-K také syntetickým sladidlem se sladivostí přibližně 200krát vyšší než je sladivost sacharózy, tento prostředek však má zhoršený profil sladivosti, takže sladivost je vnímána později a mimo to je v některých případech

vnímána hořká nebo svíravá chuť a různé pachuti ve srovnání s APM. Byly proto prováděny pokusy včetně kombinace této látky s APM pro zlepšení profilu sladivosti této látky, výsledky jsou popsány např. v US 4158068 a v odpovídající zveřejněné japonské patentové přihlášce (Kokoku), č. 51262/1984. Např. v uvedené zveřejněné japonské patentové přihlášce se popisuje současné použití ACE-K a APM v hmotnostním poměru 1:10 až 10:1, s výhodou 2:5 až 5:2, tímto způsobem je možno dosáhnout profilu sladivosti, který je bližší profilu sacharózy než při použití kterékoliv z obou uvedených látek jednotlivě.

Je tedy zřejmé, že byla navrhována různá opatření pro zlepšení profilu sladivosti APM a že tato opatření byla do určité míry úspěšná. Při použití APM však vznikají ještě další problémy, spojené s rozpustností této látky. Průmyslově vyrobený práškový APM ve formě původních krystalků se totiž nesnadno rozpouští ve vodě vzhledem k tomu, že má tendenci ke tvorbě shluků a z tohoto důvodu se rozpouští velmi pomalu. Pomalá rychlost rozpouštění vzhledem k tvorbě shluků, vede ke snížené účinnosti při slazení potravinářských produktů nebo nápojů přidáváním APM, zejména jde o nealkoholické nápoje. Tato skutečnost je vzhledem k průmyslové výrobě velkého množství takových nápojů výjimečně nevýhodná.

Byly navrhovány některé postupy pro zlepšení rozpustnosti APM, včetně granulace této látky. Ani tyto pokusy však stále ještě nebyly dostatečně úspěšné a rozpustnost APM by bylo zapotřebí ještě dále zlepšit, jak je popsáno ve zveřejněné japonské patentové přihlášce (Kokai) č. 346769/1992 a také proto, že je zapotřebí použít velké množství pomocných látek, jak popisují zveřejněné japonské patentové přihlášky (Kokai) č. 126855/1974, 19965/1975, 150361/1982 apod. Současné použití ACE-K s APM je popsáno ve svrchu uvedené zveřejněné japonské patentové přihlášce (Kokoku) č. 51262/1984 a spočívá v tom, že se smísí vodné roztoky obou složek,



tzn. vodný roztok ACE-K a vodný roztok APM, přičemž se neuvádí žádná možnost současného použití obou složek ve formě granulátu a neuvádí se údaje o rozpustnosti žádné z obou těchto složek v granulární formě.

Je tedy zřejmé, že by bylo zapotřebí dosáhnout dalšího zlepšení. Vynález si klade za úkol takové zlepšení navrhnout.

Podstata vynálezu

Podstatu vynálezu tvoří sladidlo, které jako své účinné složky obsahuje aspartam a acesulfam-K, přičemž množství acesulfamu-K se pohybuje v rozmezí 5 až 90 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost obou účinných složek a průměr částí obou složek se volí v rozmezí, které umožní větší rychlost rozpouštění směsi ve srovnání s rychlostí rozpouštění aspartamu.

Bylo neočekávaně zjištěno, že v přítomnosti původní krystalické formy ACE-K nebo produktu, který je výsledkem zpracování této krystalické formy na prášek, nedochází u původních krystalků nebo u granulátu aspartamu APM k aglomeraci v průběhu rozpouštění ve vodě, takže je možno dosáhnout vyšší rychlosti rozpouštění ve srovnání rozpouštění samotného APM.

Vynález bude dále popsán na základě svých jednotlivých možných provedení.

APM, který je jednou z účinných složek sladidla podle vynálezu, se běžně dodává ve formě původního krystalického prášku nebo ve formě granulátu s větším průměrem částic, granulát se získává granulací práškového materiálu. Ze zveřejněné japonské patentové přihlášky (Kokai) č. 346769/1992 je známo, že rozpustnost APM se po

zpracování na granulát zvýší. Nyní bylo zjištěno, že rozpustnost granulátu je možno dále zlepšit přidáním ACE-K. Dále bylo zjištěno, že APM je možno ještě rychleji rozpustit v přítomnosti ACE-K, i když se tato látka užije ve formě původních krystalků.

Granulát APM je možno připravit granulací krystalického práškového materiálu. Granulaci není nutno provádět za zvláště vymezených podmínek a je možno ji uskutečnit známým způsobem. Je např. možno využít granulaci za mísení, granulaci lisováním, vytlačováním, v bubnu, granulaci ve vířivé vrstvě, v průběhu granulace je možno použít také nanesení povlaku ve formě postřiku, tabletování a podobně. Avšak pro menší spotřebu tepelné energie a pro jednoduchost zpracování je z ekonomického hlediska výhodné použití suchou granulaci, jako granulaci spojenou s lisováním.

ACE-K je druhou účinnou složkou sladidla podle vynálezu a může být použit ve formě původních krystalků nebo po jejich zpracování na práškový materiál.

Krystalický práškový ACE-K je možno získat známým způsobem, získaný materiál je možno převést na materiál s požadovanou velikostí částic řízenou krystalizací a popř. zpracováním na prášek.

Mísící poměr APM a ACE-K ve sladidle podle vynálezu je vhodný v případě, že sladidlo obsahuje ACE-K v množství 5 až 90 % hmotnostních, vztaženo na celkové množství obou složek. Při použití ACE-K v množství 5 % hmotnostních nebo nižší, nedochází k téměř žádnému příznivému vlivu na rozpouštění APM, kdežto při použití 90 % hmotnostních nebo vyššího množství této látky, je vnímána nahořklá chuť ACE-K, což je nežádoucí.

I v případě zachování svrchu uvedeného mísícího poměru APM a ACE-K se vliv ACE-K na rozpouštění APM mění v závislosti na velikosti částic APM ve formě krystalického prášku nebo granulátu a také na velikosti částic ACE-K ve formě krystalického prášku nebo práškového materiálu. Při příliš malé velikosti částic APM může docházet ke tvorbě aglomerátů, tak jak je popsáno ve svrchu uvedené zveřejněné japonské patentové přihlášce a APM se pak nachází na povrchu vody a nedisperguje se ve vodě, takže doba rozpouštění se prodlužuje. V případě, že velikost částic je příliš velká, dochází ke snížení styčné plochy mezi částicemi a vodou, takže se doba rozpouštění rovněž prodlužuje.

Zlepšení rozpustnosti APM v důsledku smísení s ACE-K je důsledkem zábrany aglomerace APM a tím i zábrany vynášení APM na povrch vody, přičemž při důkladném promísení obou složek je možno dosáhnout vyššího účinku. Vyššího účinku je také možno dosáhnout při použití částic ACE-K s menším rozměrem vzhledem k tomu, že pak je možné důkladnější promísení. Při použití ACE-K se specifickou hmotností 1,85 (na rozdíl od 1,36 v případě APM) se dosáhne dostatečného usazování a vzhledem k vysoké rozpustnosti se i jemné částice, které by jinak byly vyneseny na povrch vody, rychle rozpouští a mizí. Při přidání ACE-K dochází také ke zmenšení podílu částic APM, plovoucích na povrchu kapaliny. Vyšší vliv při použití menších částic APM není pouze důsledkem důkladnějšího promísení, avšak také důsledkem zábrany shlukování a zábrany vynášení malých částic na povrch kapaliny.

Jak již bylo svrchu uvedeno, má ACE-K vyšší vliv na rozpouštění APM v případě, že jeho částice jsou menší, přičemž střední průměr částic je s výhodou přibližně 250 mikrometrů nebo nižší. Maximální průměr částic je s výhodou 500 mikrometrů nebo nižší a zvláště přibližně 250 mikrometrů nebo nižší. ACE-K s malým středním

průměrem částic je možno snadno připravit zpracováním původních krystalků na práškový materiál známými postupy. APM má vyšší rozpustnost po zpracování na granulát než ve formě původního krystalického prášku, současně mohou být příliš velké částice příčinou pomalejšího rozpouštění, jak již bylo svrchu popsáno, střední průměr částic je proto s výhodou přibližně 500 mikrometrů nebo menší.

V daném případě je možno popsat velikost částic ACE-K, majících značný příznivý vliv na rozpouštění APM tak, že jde o částice, v jejichž přítomnosti původní krystalický prášek nebo granulát APM může dosáhnout podstatně zlepšení rychlosti rozpouštění ve srovnání s rychlostí rozpouštění téhož krystalického prášku APM v tomtéž množství bez přítomnosti uvedené látky, jak bude dále popsáno v pokusu 1. Velikosti částic ACE-K pro daný krystalický materiál APM je možno snadno stanovit pomocí předběžných pokusů.

V případě, že se APM a ACE-K se svrchu uvedenou velikostí částic vloží do vody odděleně, avšak současně bez předchozího mísení v poměru, který je podle vynálezu výhodný, dojde k tomu, že se ACE-K, jehož rozpustnost je vyšší, rychle rozpustí a rychlost rozpouštění APM je tak nezávislá na velikosti částic ACE-K, takže se APM rozpouští tak, jako by tato látka byla jedinou složkou v roztoku, jak je zřejmé z dále uvedeného pokusu 3.

Sladidlo podle vynálezu může v závislosti na účelu svého použití obsahovat ředidla nebo pomocné látky, např. alkoholy, odvozené od cukrů, oligosacharidy nebo vlákninu nebo ještě další účinné syntetické sladidlo, jako je alitam, sacharin, methylester-3,3-dimethylbuthylaspartylfenylalaninu apod., může jít např. o běžná intenzivní syntetická sladidla tak, aby bylo možno dosáhnout lepšího profilu sladivosti, pokud to neovlivní podstatným způsobem zlepšenou

rozpustnost APM. Ředidla nebo pomocné látky pro tento účel zahrnují také méně účinná sladidla, jako jsou sacharóza, glukóza apod.

Rozpustnost granulátu APM, který obsahuje výlučně APM, je popsána ve svrchu uvedené zveřejněné japonské patentové přihlášce (Kokai) č. 346769/1992 a je pouze o něco méně neuspokojivé než rozpustnost původního práškového APM, takže je nutno zajistit zlepšené rozpouštění. Podle vynálezu je možno rychlejšího rozpouštění dosáhnout a současně získat velmi dobré sladidlo, v němž je zlepšen profil sladivosti APM i ACE-K.

Praktické provedení vynálezu bude osvětleno následujícími příklady, které však nemají sloužit k omezení rozsahu vynálezu.

Příklady provedení vynálezu

Pokus 1

Rozpustnost práškového materiálu a materiálu s obsahem jediné účinné složky

Ke zkoušce se užije zkušební zařízení s obsahem 1 litr podle japonského lékopisu. Nádoba má objem 1 litr, vnitřní průměr 1 mm, výšku 160 mm a polokulovité dno s poloměrem 50 mm. Lopatky jsou vytvořeny rozdělením kotouče s průměrem 83 mm a tloušťkou 3 mm pomocí žeber s výškou 42 mm a délkou 75 mm. Vzdálenost míchadla od spodního konce nádoby je 25 mm, míchadlo se otáčí rychlostí 100 otáček za minutu. Do nádoby se vloží 900 ml vody s teplotou 20 °C, do vody se přidá 1 g vzorku a sleduje se doba jeho rozpouštění, která se odhaduje vizuálně.

V různém poměru byly smíseny původní krystalický práškový APM se středním průměrem částic přibližně 15 mikrometrů a

maximálním průměrem částic přibližně 100 mikrometrů ve formě krystalků typu IB v svazcích a původní krystalický práškový ACE-K se středním průměrem částic přibližně 250 mikrometrů a maximálním průměrem částic přibližně 500 mikrometrů. Poměry v procentech hmotnostních ACE-K jsou dále uvedeny v tabulce 1. Pro zkoušky byl užit vždy 1 g každé směsi a byla sledována doba rozpouštění. Pro srovnání byl ke zkouškám použit také 1 g původního práškového APM. Mimo to bylo použito ještě 0,5 g a 0,10 g původního práškového APM a byla sledována doba rozpouštění.

Výsledky pro jednotlivé vzorky jsou uvedeny v následující tabulce 1, v níž je uvedena doba rozpouštění v minutách.

Tabulka 1. Doba rozpouštění směsi práškového APM a práškového ACE-K v minutách.

Vzorek	Původní APM			1g směsi			
				% hmot. prášku ACE-K ve směsi			
	1,00 g	0,50 g	0,10 g	5 % 0,95g	20 % 0,80g	50 % 0,50g	90 % 0,10g
Doba rozpouštění (min)	30	20	10	15	11	6	4

Jak je z tabulky zřejmé, došlo ke zřetelnému zlepšení rozpustnosti směsi ve srovnání s rozpustností původního krystalického práškového APM.

Sladivost APM i ACE-K je přibližně 200krát vyšší než sladivost sacharózy, jak již bylo uvedeno svrchu. To znamená, že množství vzorku původního práškového APM, který by měl být srovnáván na svou rozpustnost, je stejné jako množství směsi vzhledem k tomu, že

sladivost obou látek je přibližně totožná. Uvedenou dobu je možno prostě považovat za dobu do dosažení stejné sladivosti. Výsledky, jichž bylo dosaženo při použití 0,5 g a 0,1 g vzorku, tvořeného pouze původním práškovým APM, jsou uvedeny pouze jako kontrolní výsledky, dokládající zřetelný vliv ACE-K na rychlost rozpouštění původního APM.

Pokus 2

Rozpustnost směsi APM s různou velikostí částic a práškového ACE-K.

Stejným způsobem jako v pokusu 1 byla stanovena doba rozpouštění pro směs APM s různou velikostí částic ve formě původního prášku nebo granulátu a práškového ACE-K.

Použitý práškový APM byl téhož původu jako v pokusu 1 se střední velikostí částic přibližně 15 mikrometrů a maximální velikostí částic přibližně 100 mikrometrů nebo méně. Původní práškový materiál byl granulován při použití suchého válcového mlýnu a získaný granulát byl proséván k získání frakcí s požadovanou velikostí částic. Listování a prosévání bylo prováděno při použití zařízení Roller Compacter Model WP90x30 (Turbo Kogyo), v zařízení bylo použito šneku s rychlostí otáček 88 za minutu při tlaku válce 4,9 MPa a rychlosti otáčení válce 12 otáček za minutu, pak byla směs protlačena sítím s průměrem otvorů 1400 mikrometrů při použití standardního zařízení JIS (Japanese Industrial Standard).

Použitý práškový ACE-K byl připraven stejným způsobem jako v příkladu 1 při střední velikosti částic přibližně 250 mikrometrů a maximální velikosti částic přibližně 500 mikrometrů při použití laboratorního zařízení se sítím s otvory 250 mikrometrů a počtem otáček odstředivky 20000 za minutu. Tímto způsobem byl získán

práškový ACE-K se středním průměrem částic přibližně 20 mikrometrů a maximálním průměrem částic přibližně 250 mikrometrů.

Množství vzorku směsi a vzorku samotného APM ve formě prášku nebo granulátu bylo stejné jako v pokusu 1.

V následující tabulce 2 je uvedena doba rozpouštění pro jednotlivé vzorky.

Tabulka 2. Doba rozpouštění směsi práškového APM nebo granulátu APM ve směsi s práškovým ACE-K.

Vzorek	Práškový APM nebo				1 g směsi			
	granulát				Množství práškového ACE-K ve směsi			
		1g	0,5g	0,1g	5%	20 %	50 %	90%
Doba rozpuště- ní (min)	Velikost částic							
	do 100 μm (prášek)	30	20	10	5	3	3	3
	100 až 300 μm (granulát)	18	17	7	9	-	5	-
	300 až 500 μm (granulát)	18	17	7	12	-	8	-

Z výsledků, uvedených v tabulce 2 je zřejmé, že rozpustnost APM je možno podstatně zvýšit přidáním ACE-K nezávisle na velikosti částic této látky.

Pokus 3

Oddělené přidávání původního práškového APM a práškového ACE-K

Původní práškový APM, použitý v pokusu 1 se středním průměrem částic přibližně 15 mikrometrů a maximálním průměrem částic přibližně 100 mikrometrů a také práškový ACE-K, použitý v pokusu 2 se středním průměrem částic přibližně 20 mikrometrů a maximálním průměrem částic přibližně 250 mikrometrů, byly podrobeny zkouškám na rozpouštění podle pokusu 1.

0,5 g každé z obou složek, celkem 1,0 g materiálu bylo současně uloženo do zařízení pro rozpouštění bez předchozího promísení. Získané výsledky jsou uvedeny v následující tabulce 3. Pro srovnání je uvedena doba rozpouštění samotného 0,5 g práškového APM (pokus 1).

Tabulka 3. Doba rozpouštění současně přidaného APM a ACE-K ve formě prášku bez předchozího promísení

Vzorek	0,5 g práškového APM	0,5 g práškového APM + 0,5 g práškového ACE-K celkem 1 g
Doba rozpouštění (min)	20	20

Z tabulky 3 je zřejmé, že nebylo možno pozorovat žádný příznivý vliv ACE-K na rozpustnost APM v případě, že obě látky byly přidány odděleně bez předchozího promísení. Příčinou toho je velmi rychlé rozpouštění ACE-K, jak bylo svrchu uvedeno.

Průmyslová využitelnost

Smísením původního krystalického práškového aspartamu APM nebo téže látky ve formě granulátu s původním krystalickým práškem nebo práškováním acesulfamem-K, ACE-K podle vynálezu, je možno značně zlepšit špatnou rozpustnost APM a získat sladidlo s velmi dobrým profilem sladivosti.

Zastupuje:

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Sladidlo, obsahující jako účinné složky aspartam a acesulfam-K, v y z n a č u j í c í s e t í m, že obsah acesulfamu-K je 5 až 90 % hmotnostních, vztaženo na celkové množství obou složek, přičemž průměr částic obou složek se volí v rozmezí, které umožní zvýšit rychlost rozpouštění směsi ve srovnání s rychlostí rozpouštění samotného aspartamu.
2. Sladidlo podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že střední průměr částí acesulfamu-K je přibližně 250 mikrometrů nebo nižší.
3. Sladidlo podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že maximální průměr částic acesulfamu-K je přibližně 250 mikrometrů nebo nižší.
4. Sladidlo podle některého z nároků 1 až 3, v y z n a č u j í c í s e t í m, že střední průměr částic aspartamu je přibližně 500 mikrometrů nebo nižší.

Zastupuje: