

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5546129号  
(P5546129)

(45) 発行日 平成26年7月9日(2014.7.9)

(24) 登録日 平成26年5月23日(2014.5.23)

(51) Int.Cl.	F 1
C 11 B 9/00	(2006.01)
A 61 K 8/11	(2006.01)
A 61 K 8/73	(2006.01)
A 61 K 8/60	(2006.01)
A 61 K 8/25	(2006.01)
C 11 B 9/00	Z
A 61 K 8/11	
A 61 K 8/73	
A 61 K 8/60	
A 61 K 8/25	

請求項の数 7 (全 26 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2008-539552 (P2008-539552)
(86) (22) 出願日	平成18年10月30日 (2006.10.30)
(65) 公表番号	特表2009-519354 (P2009-519354A)
(43) 公表日	平成21年5月14日 (2009.5.14)
(86) 國際出願番号	PCT/IB2006/054008
(87) 國際公開番号	W02007/054853
(87) 國際公開日	平成19年5月18日 (2007.5.18)
審査請求日	平成21年10月30日 (2009.10.30)
(31) 優先権主張番号	05110646.6
(32) 優先日	平成17年11月11日 (2005.11.11)
(33) 優先権主張国	歐州特許庁 (EP)

(73) 特許権者	390009287 ファイルメニツヒ ソシエテ アノニム F 1 R M E N I C H S A スイス国 ジュネーヴ 8 ルート デ ジユネ 1 1, route des Jeunes, CH-1211 Genève 8, Switzerland
(74) 代理人	100061815 弁理士 矢野 敏雄
(74) 代理人	100099483 弁理士 久野 琢也
(74) 代理人	100128679 弁理士 星 公弘

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】フレーバーおよび/またはフレグランスカプセル

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

a ) 溶解、懸濁または乳化された形で、25 で 0 . 0 0 7 P a 以上の蒸気圧を有する揮発性化合物を少なくとも 10 質量 % 含有するフレーバーまたはフレグランス成分と一緒に、マトリックス材料および水を含む水性溶液、懸濁液またはエマルションを製造する工程、

b ) この水性溶液、懸濁液またはエマルションを、100 ~ 2000  $\mu\text{m}$  の平均直径を有する液滴の形で、噴霧塔中に分散させる工程、

c ) 前記分散させる工程と同時に粉化剤を噴霧塔中に導入して、水性溶液、懸濁液またはエマルションの液滴上に粉化剤の被覆を得る工程、

d ) 前記分散させる工程と同時にホットガスを、130 ~ 250 の範囲の温度で噴霧塔中に供給して、液滴を少なくとも部分的に乾燥させ、かつカプセルを形成する工程、そして

e ) 噴霧塔から粉化剤被覆されたカプセルを除去する工程、  
を含み、その際、粉化剤は、澱粉、澱粉誘導体、タルク、ベントナイト、二酸化ケイ素、ケイ酸カルシウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウムまたはケイ酸カリウム、アルミニノケイ酸ナトリウム、アルミニノケイ酸カリウムまたはアルミニノケイ酸カルシウム、炭酸カルシウム、炭酸ナトリウムまたは炭酸マグネシウム、リン酸カルシウムまたはリン酸マグネシウム、クエン酸第二鉄アンモニウム、微結晶性セルロースおよびセルロース誘導体またはセルロース繊維、脂肪酸のアルミニウム塩、カルシウム塩、ナトリウム塩、マグ

10

20

ネシウム塩、カリウム塩またはアンモニウム塩、酸化マグネシウムおよび前記粉化剤の2種またはそれ以上を含有する混合物から成る群から選択される、100～2000  $\mu\text{m}$ の範囲の平均直径を有し、かつカプセル封入されたフレーバーまたはフレグランス成分または組成物を含有するカプセルを製造する方法。

【請求項2】

供給されるホットガスの温度が150 を上回る、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

カプセルを噴霧塔中で粉化剤により被覆し、かつ少なくとも表面的にホットガスにより乾燥させた後に、カプセルを流動床により遮断する工程をさらに含む、請求項1に記載の方法。

10

【請求項4】

流動床を、40～100 の範囲の温度を有するガスを用いて供給する、請求項3に記載の方法。

【請求項5】

フレーバーまたはフレグランス成分、マトリックス成分および水を含有する水性溶液、懸濁液またはエマルションが、水性溶液、懸濁液またはエマルションの全質量に対して45～80 質量%の乾燥物質含量を有する、請求項1に記載の方法。

【請求項6】

得られたカプセルが、18～50 質量%のフレーバーまたはフレグランス成分装填量を有する、請求項1に記載の方法。

20

【請求項7】

18～40 質量%の装填量を備えているカプセル封入されたフレーバーまたはフレグランス成分、ならびに粉化剤により提供される外側の被覆を含む、100～2000  $\mu\text{m}$ の範囲の平均直径を有するカプセルであって、その際、粉化剤が、澱粉、澱粉誘導体、タルク、ベントナイト、二酸化ケイ素、ケイ酸カルシウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウムまたはケイ酸カリウム、アルミノケイ酸ナトリウム、アルミノケイ酸カリウムまたはアルミノケイ酸カルシウム、炭酸カルシウム、炭酸ナトリウムまたは炭酸マグネシウム、リン酸カルシウムまたはリン酸マグネシウム、クエン酸第二鉄アンモニウム、微結晶性セルロースおよびセルロース誘導体またはセルロース纖維、脂肪酸のアルミニウム塩、カルシウム塩、ナトリウム塩、マグネシウム塩、カリウム塩またはアンモニウム塩、酸化マグネシウムおよび前記粉化剤の2種またはそれ以上を含有する混合物から成る群から選択され、それによってこの被覆がカプセルの全質量の0.1～30 質量%提供され、その際、フレーバーまたはフレグランス成分は、25 で0.007 Pa以上の蒸気圧を有する揮発性化合物を少なくとも10 質量%含有する、前記カプセル。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、100～2000  $\mu\text{m}$ 、より好ましくは200～800  $\mu\text{m}$ の範囲の平均直径を有し、かつフレーバーおよび/またはフレグランス成分をカプセル封入するカプセルを製造するための方法に関する。さらに本発明はカプセル自体、カプセルの製造中において成分の損失量を減少させる方法および本発明のカプセルを製造するための多段階乾燥装置の使用に関する。

40

【0002】

発明の背景及び解決すべき課題

本発明の課題は、フレーバーおよび/またはフレグランス化合物および/または組成物、特に平均直径100～2000  $\mu\text{m}$ およびより好ましくは200～800  $\mu\text{m}$ を有するフレーバーおよび/またはフレグランス化合物および/または組成物のカプセル封入である。カプセル封入は、一般には、活性成分の安定かつ運搬可能な形を提供する目的を有している。活性成分が周囲温度で液体である場合には、粒子範囲のカプセル封入は、より簡単な取り扱いおよび乾燥生成物との混合ならびに活性成分のより少ない濃縮された形を提

50

供するといった他の利点を有し、その際、活性成分のより少ない濃縮された形を提供することはいくつかの例において有利である。

#### 【0003】

さらに、自由流動性粉末中の活性成分のカプセル封入は、有利に計量供給することができ、かつ他の成分と混合することができるか、あるいは、直接的に消費者最終製品に添加することができる活性成分の形を製造する目的を有している。これにおいて、粒径および活性成分の装填量は適切になるとみなされる。少量の活性成分が、消費者最終生成物に添加されるべき場合には相対的に大きい粒子は使用できなくなり、それというのも、活性成分の最終濃度の変動がかなり顕著になりうるためである。他方で、相対的に小さい粒子は、容積に対する少ない有効表面比を生じる。この比は、揮発性活性成分、たとえば多くのフレグランスおよびフレーバーに特に関連し、その際、蒸発を介しての損失を防止する必要がある。さらに、潜在的に可燃性の活性成分を有する粒子が小さければ小さいほど、取り扱いにおける爆発の危険性はより高くなり、したがって、コスト効率と関係する特別な取り扱い対策が要求される。

#### 【0004】

噴霧乾燥方法は、たとえばガラス状マトリックス中にフレーバーおよび/またはフレグランスをカプセル封入するためにしばしば使用することができ、かつ従来技術において広範囲に開示されている。典型的には、懸濁液の液滴は、ノズルを介して噴霧塔中に噴霧され、その際、液滴は熱空気にさらされ、水の蒸発およびこれによる乾燥粒子の形成を生じ、この場合、この乾燥粒子は、一般的には乾燥塔の塔底において回収される。しかしながら、典型的な噴霧乾燥は、約100 μmを上回るカプセルを製造するのに適しておらず、それというのもこれらの大きい液滴は、塔の内壁に対する液体の粘着を防止するのに十分に迅速ではないためである。従来の噴霧乾燥方法のさらなる欠点は、相対的に低い粘度の懸濁液またはエマルションを使用すべき事実であって、その際、粘度は、約数百mPa sの上限であり、これにより確実な噴霧を可能にする。低い粘度は、一般には反応混合物の高い含水量で（約40質量%）達成されるが、しかしながら、これはその後に乾燥工程中の水の蒸発を必要とする。いうまでもないが、多量の水の除去が必要とされる乾燥工程がよりコスト高である。前記から、噴霧乾燥工程が100~2000 μmの範囲の粒径を有する粒子を製造するのに適していないことを明らかに推測することができる。さらに一方で、噴霧乾燥が、低粘度のスラリーの加工のみを可能にすることは、むしろ簡単かつ良好に理解される。

#### 【0005】

本発明の分野における適切な従来技術は、従来の噴霧乾燥工程の欠陥を取り扱う。たとえばWO 04/062382は、脂肪溶解性物質のビーズレット調製物の製造方法を記載しており、その際、脂肪溶解性物質の水性懸濁液は噴霧塔中に供給され、それと同時に粉末澱粉および熱空気を別個の入口を介して、噴霧塔中に導入する。この方法は、200までの温度でしかしながら好ましくは60~120で、噴霧帯域中で実施されるべきであるとされ、かつ脂肪溶解性物質はビタミン、たとえばビタミンA、D、E、K、カロテノイド、ポリ不飽和脂肪酸、油または脂肪である。後者は特に揮発性ではない物質であり、したがって相対的に密なビーズレット中で最適に保存することができる。しかしながら、蒸発に対する特別な注意が要求される揮発性物質をカプセル封入するための試みの際に生じうる問題について何ら挙げられておらず、また脂肪中で溶解しない親水性活性物質のカプセル封入であって、かつ本発明の特別な重要性を構成するものについても何ら挙げられていない。

#### 【0006】

WO 91/17821には、50~120の温度を有する空気の供給下で、噴霧剤を同時に導入しながら水性懸濁液を噴霧することによる、マトリックス材料中に包囲されるフレーバーを含有するマイクロカプセルを製造するための方法が記載されている。噴霧剤は、澱粉、改質化澱粉、リン酸三カルシウム等を含有していてもよい。この文献は、通常の噴霧乾燥中で、典型的には180~300の温度を有する熱空気が供給されることを示す。さ

10

20

30

40

50

らに、噴霧乾燥のいくつかの欠点が挙げられ、かつ、噴霧乾燥により得られた粒子よりも大きい粒子が好ましく、かつ利点を提供することを示している。

#### 【0007】

さらにWO 91/17821のいくつかの例から、この教示によるカプセル封入方法が、最初のエマルション中に存在する50質量%までのフレーバー材料の本質的損失量を生じることが見出された（例1、3および4）。

#### 【0008】

本発明の目的は、明確に、フレーバー損失量を本質的に減少させる方法でフレーバーおよびフレグランス粒子を製造することであり、この場合、これは、カプセルの製造中においてフレーバーおよび/またはフレグランス材料が、たとえば20質量%以下、かつ好ましくは10質量%未満が損失する。本発明の他の課題は、より高いフレーバー/フレグランス装填量を有するカプセルを得ることである。

#### 【0009】

##### 本発明の概要

本発明によれば、100～2000μmおよび好ましくは200～800μmの直径を有するカプセル中に揮発性成分をカプセル封入するための方法を提供し、その際、カプセル封入すべき成分を、粉化剤の雲状物中に噴霧し、その際、方法は、乾燥のために塔中に供給された空気の温度が121℃を上回ることを特徴とする。驚くべきことに、揮発性成分の損失量は、供給された空気のより低い温度を使用する従来の方法よりも顕著に低く維持される。

#### 【0010】

したがって本発明の方法は、第1の態様において、フレーバーおよび/またはフレグランス成分（以下、「成分」とする）をカプセル封入する100～2000μmの平均直径を有するカプセルを製造する方法を提供し、この場合、この方法は、以下の工程、  
a) 溶解、懸濁および/または乳化した形で（以下、簡単に「乳化」とする）のフレーバーおよび/またはフレグランス成分、マトリックス材料および水を含有する水性溶液、懸濁液および/またはエマルション（以下、簡単に「エマルション」とする）を製造し、  
b) このエマルションを平均粒径100～2000μmを有する液滴の形で、噴霧塔中に噴霧し、

c) 噴霧工程と同時に噴霧塔中に粉化剤を導入して、噴霧されたエマルションの液滴上に粉化剤の被覆を得て、

d) 噴霧工程と同時にホットガスを噴霧塔中に供給し、かつ、

e) 噴霧塔からの粉化剤の被覆を含むカプセルを除去することを含み、その際、当該方法は、工程e)中で供給されたホットガスの温度を130～250℃にすることを特徴とする。

#### 【0011】

さらに本発明は、本発明による方法によって得ることが可能なカプセルに関し、この場合、これは、同様の型の従来技術による方法を用いて得られるものと比較して、驚異的に高いカプセル封入された材料における含量が存在する。

#### 【0012】

したがって本発明は、さらにフレーバーおよび/またはフレグランス成分をカプセル封入する100～2000μmの範囲の平均直径を有するカプセルを提供し、その際、成分の装填量は18～50質量%、好ましくは20～40質量%であり、その際、カプセルは、粉化剤の被覆と一緒に供給され、その際、被覆はカプセル全量の0.1～30質量%を提供する。

#### 【0013】

第4の態様において、本発明は、平均粒径100～2000μmを有するカプセルの製造中においてフレーバーおよび/またはフレグランス成分の損失量を減少させるための方法を提供し、この場合、この方法は、フレーバーおよび/またはフレグランス成分、マトリックス材料および水を含有する懸濁液および/またはエマルションを、噴霧塔中に分散

10

20

30

40

50

させる工程を含み、その際、噴霧塔は、さらに130～250 の温度を有するホットガスと一緒に供給され、かつその際、同時に粉化剤を噴霧塔中に導入する。

【0014】

第5の態様において、本発明は、本発明による方法によるカプセルを製造するための多段階乾燥装置の使用を提供する。

【0015】

本発明の方法は、従来技術から公知方法よりも多くの重要な利点を提供する。先ず、より高い温度を使用してもよい事実が、成分損失量の本質的な減少を導く。さらにより高い温度は、塔および／または流動床中のカプセルのより短い滞留時間可能にし、この場合、これはより迅速な工程を可能にする。より高い温度は迅速な乾燥を可能にし、その結果として、従来技術におけるものよりも少ない乾燥／粉化剤の添加が要求される。したがって、粉化剤によって供給される被覆は本質的に薄い。これは、その後にカプセル中の活性剤の高い装填量を可能にする。

【0016】

図面の簡単な説明

図1は、多段階乾燥装置中で、本発明による空気入口温度でのガラス状マトリックス中のカプセル封入中におけるリモネンの損失量を示す。リモネンを含有するエマルションの液滴を、乾燥塔中で循環する天然澱粉の循環懸濁液中に噴霧することによって、主要な入口空気流のより高い温度がフレーバーの低い損失量を生じることを見出すことができ、その際、より良好な結果は140 よりも170 で得られる。

【0017】

本発明の詳細な説明

本発明は、フレーバーおよび／またはフレグランス成分をカプセル封入する平均粒径100～2000  $\mu\text{m}$ の範囲の平均直径を有するカプセルを製造するための方法を提供する。好ましくは、平均直径は200～800  $\mu\text{m}$ 、より好ましくは300～500  $\mu\text{m}$ である。用語「平均 ("average" および／または"mean" )」を使用する場合、例えば「平均直径」の表現は、相加平均を意味するものである。

【0018】

本発明の方法は、たとえばWO 2004/062382 (第2頁、第26行～35行) 中に記載された任意の噴霧塔中で実施することができる。驚くべきことに、通常の多段階工程は、本発明の工程を実施するために使用することができることが証明されている。多段階乾燥装置は、噴霧乾燥塔、および、塔底において、塔中に落下する部分的に乾燥した粒子を遮断する (intercepting) 流動床を含有する。典型的な多段階乾燥器中で、空気入口および空気出口は、塔の上部領域に位置する。一般にこれらの装置において、本発明の目的のために要求されるような、本明細書中で「粉化剤」として呼称される微細な粒子の懸濁液を保持することが可能である。粉化剤は、一般に水性エマルションの入口近くであるか、あるいは、乾燥塔のより低い部分に位置していてもよい別個の入口により導入される。粉化剤は、操作様式において、一定の運動で、かつ、塔から空気出口と一緒に搬出されてもよい。

【0019】

したがって本発明は、古典的な多段階噴霧乾燥器の新規利用を提供し、さらに、特別ではない装置を用いて、本明細書中で開示された本発明による方法にしたがって、相対的に大きいサイズのカプセルを製造することを可能にする。このような多段階乾燥器の使用は、カプセル封入の可能性および多様性を拡大する。したがって、本発明は一の実施態様において、多段階乾燥装置中で実施する方法を提供する。

【0020】

本発明により製造されたカプセルは、100～2000  $\mu\text{m}$ の平均直径を有する。カプセルの大きさは、本発明による方法の工程にしたがって乾燥塔中に分散された液滴の大きさによって定められる。本発明の実施態様によれば、エマルションを分散させる工程は、噴霧ノズルまたは遠心ホイールディスク (Centrifugal wheel disk) を介してエマルショ

10

20

30

40

50

ンを噴霧塔に導くことによって実施される。他の装置は、制御された平均サイズの液滴の形で、エマルションを分散させるために使用されてもよい。たとえば、振動オリフィスを代わりに使用してもよい。

【0021】

噴霧ノズルを液滴の分散のために使用する場合には、このサイズは、たとえばノズルを介しての噴霧ガスの流速によって制御することができる。

【0022】

遠心ホイールディスクを分散のために使用する場合には、本発明の範囲内において液滴サイズを調整するための主要な要因は遠心力であり、それによって液滴がディスクから塔に分散される。次いで遠心力は、ディスクの回転速度および直径に依存する。エマルションの供給流の速度、その粘度および表面張力もまた、最終的な液滴サイズおよび粒度分布を調整するパラメータである。これらのパラメータを調整することによって、いわゆる当業者は、塔中に分散すべきエマルションの液滴の大きさを調整することができる。

10

【0023】

本発明の方法は、溶解、懸濁および/または乳化した形でのフレーバーおよび/またはフレグランス成分、マトリックス材料および水を含む水性溶液、懸濁液および/またはエマルション（以下、簡単に「エマルション」とする）を製造するための工程を含む。

【0024】

本明細書の内容の範囲内において、用語「含有する」は、「他のものの中に含まれる」の意味と解される。これは"のみからなる(consists only of)"と解釈されることを意図するものではない。

20

【0025】

したがってフレーバーおよび/またはフレグランス成分は、マトリックス材料と一緒に溶解させるか、その中に懸濁および/または乳化することによって担体系と一緒に混合されてもよい。便宜のために、用語「乳化」は、成分と不活性材料との混合のすべての種々の形を包含するのに使用する。

【0026】

成分は親水性および/または疎水性であってもよい。したがって本発明は、水溶性のもの、たとえばジュース、反応フレーバー等を含む成分の大きいファミリーに対して適用可能である。さらに成分は、親水性および疎水性の成分の組合せを含有していてもよい。成分が親水性である場合には、これは一般に水性溶液中にマトリックス材料と一緒に溶解されてもよい。好ましい実施態様によれば、成分は疎水性成分を含有し、一方マトリックス材料は水中で溶解可能であってもよい。一般にこの場合には、疎水性成分はたとえば0.5~10 μm、好ましくは1~5 μmの平均直径を有する小さい液滴の形で、マトリックス材料の範囲内に乳化する。乳化には、たとえば高压ホモジナイザーまたはコロイドミルを用いてもよい。

30

【0027】

フレーバーおよび/またはフレグランス成分（以下「成分」と呼称する）は、フレーバーおよび/またはフレグランス工業において今日使用されるフレーバーおよびフレグランス成分または組成物を包含し、この場合、これらは天然および合成起源の双方である。これらには単独化合物及び混合物が含まれる。本発明において使用されるカプセルは、揮発性成分または液体の形での不安定な（labile）成分を、好ましくは-2~7の範囲、好ましくは2~6の範囲の10g Pでカプセル封入することができる。このような成分の特別な例は、近年の文献、たとえばFenaroli's Handbook of flavour ingredients, 1975, CRC Press; Synthetic Food adjuncts, 1947、M. B. Jacobs, Van Nostrand; またはPerfume and Flavor Chemicals, S. Arctander, 1969, Montclair, New Jersey (USA)によって見出されてもよいよい。ここでカプセル封入すべき今日の香料成分の他の多くの例は、特許文献および入手可能な一般文献中で見出されてもよい。

40

【0028】

したがって好ましい実施態様において、成分はフレーバーおよび/またはフレグランス

50

化合物または組成物、フレーバーまたはフレグランスの天然エクストラクトおよび前記成分の任意の混合物から成る群から選択される。

【0029】

フレーバーおよび／またはフレグランス成分は、消費者製品に対して芳香性を与えるか、および／または、心地良い香気を提供する、すなわち、消費者製品に香気またはフレーバーまたは矯味を付与するか、または、前記消費者製品の矯味および／または香気を改質化するか、またさらにはそのテクスチャーまたは口触りを改質化することが当業者に知られている。さらに天然のエクストラクトは、消費者最終製品をフレーバリングするかまたは賦香するために系中にカプセル封入することができる。これらの抽出物は、とりわけ柑橘類の抽出物、たとえばレモン、オレンジ、ライム、グレープフルーツまたはマンダリンオイル又はコーヒー、茶、ミントオイル、ココアまたはハーブおよびスパイスの精油を含む。

10

【0030】

フレーバーおよび／またはフレグランス成分の他の例は、合成フレーバーおよび／またはフレグランスオイル、フレーバリング芳香族エクストラクトおよび天然エクストラクト、たとえばオイル、エッセンシャルオイル、オレオレジンおよび植物、たとえば葉、花、フルーツ、根、根茎、茎等から誘導された他のエクストラクトである。

【0031】

用語「成分」に含まれる他のフレーバーは、反応フレーバーであるか、あるいは、プロセスフレーバーである。これらのフレーバーは、食品成分および／または成分を加熱することによって得られてもよく、この場合、これは、食品またはプロセスにおけるフレーバリングにおいて使用することを可能にする。窒素源および炭水化物源は、プロセスフレーバーを得るためのマイラード反応を実施するのに必要不可欠である。

20

【0032】

フレーバーおよび／またはフレグランス成分は、溶剤、アジュバント、添加剤および／または一般に、フレグランスおよび／またはフレーバー工業中での今日使用される他の成分との混合物の形で存在していてもよい。

【0033】

好ましくは、成分または組成物は60で液体である。より好ましくは、40で液体である。さらに好ましくは、室温で液体である(RT=25)。

30

【0034】

フレーバーおよび／またはフレグランス組成物の典型的特徴は、揮発性化合物および／または組成物の高い割合である。したがって、実施態様において、本発明によってカプセル封入すべき活性成分または組成物は、組成物の質量に対して少なくとも10質量%、好ましくは少なくとも20質量%、より好ましくは少なくとも30質量%およびさらに好ましくは少なくとも40質量%の25で0.007Paの蒸気圧を有する化合物を含む。

【0035】

好ましくは、少なくとも10質量%は25で0.1の蒸気圧、より好ましくは少なくとも10質量%は25で1Paの蒸気圧および最も好ましくは少なくとも10質量%は25で10Paの蒸気圧を有する。25で0.007Pa以上の蒸気圧を有する化合物は、一般には揮発性の特徴を有するものとしてみなされ、かつカプセル加工により最も有益である。

40

【0036】

このような化合物の10質量%の制限は、活性成分または組成物の本質的な部分に寄与するものとしてみなされる。しかしながら本発明の方法はさらに、より揮発性の成分の効率的なカプセル化のために、組成物中で前記に示すよりも高い量で存在することも可能である。

【0037】

本発明の目的および便宜のために、蒸気圧は計算によって測定される。したがって"EPI

50

suite"; 2000 U.S. Environmental Protection Agencyで開示された方法は、ここで、活性成分の特定の化合物または成分の蒸気圧の具体的な値を測定および定義するために使用する。このソフトウェアは自由に利用可能であり、かつ、種々の化学的方法によって得られる蒸気圧の平均値に基づく。

#### 【0038】

本発明の文脈において、パーセンテージは特に記載がなければ、乾燥物質の質量に対するパーセンテージである。同様に、割合が部として示される場合には、乾燥物質の質量部が意味されるものである。水が、組成物の一部分として示される場合には、溶液、エマルションの種々の成分の組成、たとえばパーセンテージは、当然のことながら水を含む組成物の全量に対する。

10

#### 【0039】

本発明の工程において、エマルションの製造において有用なマトリックス材料は、成分のためのキャリアを提供する目的を有する。好ましくは、マトリックス材料は、乳化された分散液滴の乾燥中で、ガラス状マトリックスを形成するその容量に対して選択される。ガラス状マトリックスは、約  $10^{10} \sim 10^{12}$  Pa<sup>\*</sup> s の範囲の大きさの粘度および極めて低い分子移動度によって特徴付けられる非晶質の固体である。ガラス状態の良好な理解は、Dominique Championら、"Towards an improved understanding of glass transition and relaxations in foods: molecular mobility in the glass transition range" Trends in Food Science and Technology 11 (2000) 41-55によって提供される。

#### 【0040】

20

マトリックス成分は、たとえばポリマー、すなわちタンパク質、ポリマー炭水化物および他のポリマー材料から選択されてもよい。ポリマー材料は、好ましくは親水性ポリマーを含有し、これによって効果的な酵素バリヤを提供する。したがってマトリックスは、親水コロイドを含有していてもよい。さらに、水中で低溶解性であるポリマー、すなわち、より疎水性のポリマーもまたマトリックス中に存在していてもよく、これによって幾らかの脂溶性の特徴をガラス状マトリックスに提供し、したがって湿分に対する保護を提供する。さらにマトリックスは、重合性ではないが、しかしながら密なガラス状マトリックスの形成を支援するか、あるいは、他の目的のために添加されてもよい他の成分を含有していてもよい。

#### 【0041】

30

したがって、場合によっては、本発明のフレーバーカプセルに付随するかまたはその一部分である適したマトリックス成分は、タンパク質、たとえばカゼイン、乳清タンパク質、大豆タンパク質および/またはゼラチンを含有していてもよい。これらのタンパク質は、良好な乳化および皮膜形成特性を有し、したがってポリマー・マトリックスのためのベースを形成することができる。好ましくは、マトリックス成分は炭水化物を含有する。マトリックス成分は、水溶性または非水溶性の炭水化物を含有していてもよい。

#### 【0042】

たとえば、マトリックス成分は、たとえばモノサッカリド、ジサッカリド、トリサッカリドおよび/またはオリゴサッカリドを含有していてもよい。したがって本発明の好ましい実施態様において、マトリックス材料は、ポリサッカリドおよびさらにはモノ-および/またはジサッカリドの群から選択されたサッカリドを含有する。

40

#### 【0043】

好ましくは、マトリックス成分はポリサッカリド、すなわち、1分子当たり10を上回るモノサッカリド単位を含有するサッカリドを含有していてもよい。同様に、マトリックス成分はガムおよび/または親水コロイド、たとえばアラビアゴム等を含有していてもよい。

#### 【0044】

より好ましくは、マトリックス成分は、澱粉および/または澱粉誘導体、たとえば前ゼラチン化澱粉、薄い-または濃い-加熱型澱粉 (thin-またはthick-boiling starch)、種々の分子量のデキストリンまたはマルトデキストリンを含有する。マトリックス成分と

50

して適した澱粉の他の可能な改質化および得られる誘導体は、オクテニル-スクシネート化澱粉、澱粉エーテル（すなわち、カルボキシメチル澱粉）、澱粉エステル（すなわち、澱粉-リン酸塩）、架橋化澱粉および/または酸化澱粉を含む。

【0045】

好ましくは、マトリックス成分はデキストリン、さらに好ましくはマルトデキストリン及びコーンシロップを含む。より好ましくは、マトリックス成分は、平均デキストロース当量5~25、好ましくは6~20、特に好ましくは10~18を有するマルトデキストリンおよび/またはコーンスター-チシロップを含有する。

【0046】

好ましい実施態様において、マトリックス成分はガラス状マトリックス単独の乾燥質量10当たり60~95質量%のマルトデキストリン、その際、好ましくは、前記範囲のDE値を有するものであって、かつ5~40質量%の改質化澱粉、たとえばアルケニル-スクシネート化澱粉（特に、オクテニル-スクシネート化澱粉）を含有する。

【0047】

食品および/または飲料に対してカプセルの適用をする場合に、前記マトリックス材料が好ましいとはいえ、カプセルが食品に対する添加が意図されない場合に適した他の多くの材料であってもよい。たとえば、フレグランス成分を含有するカプセルにおいて、マトリックス材料は、より広範囲の材料から選択されてもよい。たとえば、合成ポリマー、コポリマーまたは天然の非食品ポリマー、塩または他の充填剤を、マトリックス材料として使用してもよい。

20

【0048】

本発明による方法における工程において製造されるエマルションは、10~70質量%のマトリックス材料、30~70質量%の水および5~35質量%のカプセル封入すべき活性成分または組成物を含有する。より好ましくは、エマルション中の%は、それぞれ20~40、40~60および10~30質量%であり、かつより好ましくはそれぞれ25~35、45~55および15~20質量%のマトリックス材料、水および成分である。

【0049】

本発明による方法の好ましい実施態様によれば、成分、マトリックス成分および水を含有するエマルションは、45~80質量%、好ましくは50~70質量%の乾燥物質含量を有する。かなり高い乾燥物質含量は高い粘度のエマルションを提供し、その際、後者はあるいは取り扱いおよび噴霧塔への案内における困難性を示す。他方において、高い乾燥物質含量によって、乾燥工程は、蒸発させる必要のある水の量をより少なくすることで、より効率的になる。エマルションの粘度が、一般に150 μm未満の直径を有する微細な液滴を製造するのに十分に低くすべきことが要求される通常の噴霧乾燥とは異なって、本発明による方法は、乾燥させるべき相対的に大きい液滴の製造を十分かつ効率的に可能にする。この場合において、エマルションが低い粘度を有することは必要ではないが、しかしながら通常の噴霧乾燥と比較してより高い粘度を使用してもよい。

30

【0050】

高い乾燥物質含量を有するこのようなエマルションは、乾燥塔中に分散された大きいサイズの液滴が生じることから、本発明のより大きいサイズのカプセルを導く。

40

【0051】

本発明は、噴霧工程と同時に粉化剤を噴霧塔中に導入する工程を含み、これによって、噴霧されたエマルションの液滴上の粉化剤の被覆を得る。好ましい実施態様によれば、粉化剤は、澱粉、澱粉誘導体、タルク、ベントナイト、二酸化ケイ素、ケイ酸カルシウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウムまたはケイ酸カリウム、アルミニノケイ酸ナトリウム、アルミニノケイ酸カリウムまたはアルミニノケイ酸カルシウム、炭酸カルシウム、炭酸ナトリウムまたは炭酸マグネシウム、リン酸カルシウムまたはリン酸マグネシウム、クエン酸第二鉄アンモニウム、微結晶性セルロースおよびセルロース誘導体またはセルロース繊維、脂肪酸のアルミニウム塩、カルシウム塩、ナトリウム塩、マグネシウム塩、カリウム塩またはアンモニウム塩、酸化マグネシウムおよび前記粉化剤の2個またはそれ以上を

50

含有する混合物から成る群から選択される。粉化剤の目的は、分散された液滴の互いのおよび／または噴霧塔の内壁への付着を防止することである。このようにして粉化剤は、塔中に懸濁され、かつ塔に導入するやいなや分散された液滴上被覆を生じさせる。したがって本発明の好ましい実施態様において、粉化剤の粒子を噴霧塔中に懸濁させ、かつ、噴霧塔中の入口から出口に循環させ、この場合、出口はまたホットガスの出口である。

【0052】

一般に、粉化剤それ自体は入口から乾燥塔中に循環され、この乾燥塔から、一般に廃ガスと一緒に、廃ガス出口から搬出される。粉化剤はサイクロン回収器中に返送してもよく、この回収器から、粉化剤を管から入口に戻し、噴霧塔中に転送してもよい。好ましくは、粉末は、少なくとも部分的に、分散された液滴と一緒に向流で循環する。したがって、本発明の好ましい実施態様において、余分な粉化剤は、分散されたカプセル上に吸収されず、ホットガスと一緒に噴霧塔から、廃ガスの出口を介して搬出され、この場合、これは、粉化剤からホットガスを分離することが可能なサイクロンまたはフィルターバックハウスに導き、その際、粉化剤は、その後に、噴霧塔中に再度導入する。したがって粉化剤はサイクロンから噴霧塔へ連続的に循環され、かつサイクロンに返送される。

10

【0053】

本発明の方法は、分散工程と同時に、供給の本質的な工程を含み、その際、ホットガスは、噴霧塔中への130～250の範囲で温度を有する。ホットガスは、従来技術、特にWO 91/17821で開示されたよりも高い温度で、さらにはWO 04/062382の好ましい温度よりも高い温度で供給され、その際、WO 04/062382は、フレーバーおよび／またはフレグランス成分のカプセル封入に関するものではなく、すなわち、一般的な揮発性成分である。カプセル封入された成分を含有する相対的に大きいサイズの液滴は、従来技術で教示された温度よりも高い温度を有するガスの供給下で好ましくは乾燥されるにもかかわらず、乾燥中の揮発成分の損失量を同時に改善させることの立証は、驚くべきことであった。

20

【0054】

この結果は、より高い乾燥温度の使用が、一般に揮発性成分の高い損失量を必然的に伴うことが噴霧乾燥カプセル封入方法の技術によりよく知られていることから、全く驚異的である。理論にしばられることなく、噴霧帯域中でのより高い温度は、入口ガス流のより高い温度によりもたらされ、その結果、より短い乾燥時間を生じることが推測される。本発明によれば、より多くの水を、高い温度でのその放出中に液滴から蒸発させ、かつ引き続いて流動床中での乾燥時間をこれにより短縮することができる。流動床中の熱空気による引き続いての乾燥は、従来技術による方法ではより長くかかり、かつ結果として、成分の本質的なさらなる損失および分解を生じうる。

30

【0055】

好ましい実施態様によれば、乾燥塔中に供給されたホットガスは135～220、好ましくは140～210および特に好ましくは150～190の温度を有する。

【0056】

ホットガスは、たとえば空気または窒素であってもよい。

【0057】

ホットガス入口を介してのホットガスの供給は、噴霧塔中で約180～約50、好ましくは約170～約40の温度を生じる。塔中の温度は、ホットガス入口での最も高い温度により勾配を生じ、したがって、噴霧帯域中の高い温度を提供する。塔底において温度はより低くなり、この場合、これは、分散された液滴からの水の蒸発による。

40

【0058】

さらに本発明の方法は、噴霧塔からの、粉化剤で被覆されたカプセルを除去する工程を含む。

【0059】

前記に示された本発明による方法は、回分的または連続的に実施することができる。多段階乾燥器中で、回分的作業を選択してもよい。したがって、回収容器に導く流動床のレベルにおいて出口が存在する。流動床のスイッチを切り、かつ回収容器に導くバルブを開

50

放することによって、カプセルをたとえば重力により回収容器に案内し、この回収容器からこれらを除去してもよい。好ましい実施態様において、本発明の方法は連続的に、たとえば組み込まれた流動床から粒子を外部の付加的な流動床に運搬することによって実施され、この場合、付加的な流動床において、カプセルはさらにその最終的な湿分含量を正確に制御するために乾燥されてもよい。実際に、本発明の方法によれば、全工程におけるカプセルの滞留時間が減少し、その結果、より質のよい生成物を生じる。

【0060】

好ましい実施態様によれば、本発明の方法は、粉化剤により被覆された後であって、かつ噴霧塔中でホットガスによって少なくとも表面上乾燥させた後に、流動床によってカプセルを遮断するさらなる工程を有する。

10

【0061】

好ましくは、流動床は、40～約100の温度を有するガスと一緒に供給され、この場合、これは、この範囲の温度を有するガスをが、カプセルを流動化／遮断するために、小さい開口部を介して、床の下から供給されることを意味する。好ましくはガスの温度は、65～90の範囲である。一般にガスは空気である。噴霧帯域と同様に、本発明の方法は、従来技術に対して流動床中に多少とも高い温度で提供する。再度、より短い乾燥時間は、驚異的に、揮発性成分のより低い損失を生じる。

【0062】

本発明の方法によって得ることが可能および／または得られたカプセルは、1～50質量%のフレーバーおよび／またはフレグランス成分を有していてもよい。好ましい実施態様によれば、成分の装填量は18～50質量%の範囲である。このようにして20～40質量%、好ましくは25～38質量%およびより好ましくは27～35質量%の範囲で高い成分装填量を有することが可能である。本発明によって得ることが可能な高い成分装填量は、入口ガスの比較的高い温度の使用の結果であり、かつ従来技術の同様の方法によって得られた揮発性成分装填量を明らかに上回る。高い装填量はさらに、本発明の方法によって達成された揮発性成分の減少した損失量の結果である。

20

【0063】

したがって本発明のカプセルの高い成分装填量は、さらに本発明のカプセル表面上の粉化剤により供給された被覆の比較的低い相対寄与率の結果である。勿論、これに関する「表面」の用語は、粉化剤により供給される層の可能な被覆である1種またはそれ以上のさらなる外部被覆の可能性を排除するものではない。たとえば、さらに脂質ベースの被覆を容易に思い浮かべることができる。

30

【0064】

一般に、カプセルの全量に対する粉化剤の寄与率は0.1～30質量%の範囲であってもよく、この場合、これは、本発明によるカプセルの好ましい実施態様に相当する。しかしながら、粉化剤の量はより低くてもよく、0.1～27質量%、好ましくは0.5～25質量%、より好ましくは1～20質量%および最も好ましくは12～15質量%の粉化剤であってもよい。最も好ましい実施態様において、粉化剤の量は、本発明のカプセルの全量の10質量%までであってもよい。

40

【0065】

さらに本発明は、本発明の方法によって得ることが可能および／または得られたカプセルを提供する。

【0066】

本発明は、本発明のカプセルおよび／または本発明の方法によって得ることが可能なカプセルを含有する食品を提供する。製品は、たとえば食品であってもよく、その際、カプセル封入される成分はフレーバー成分である。

【0067】

さらに本発明は、本発明のカプセルを含有する好ましい賦香製品を包含し、その際、成分は香料組成物、たとえばパヒューム、オードトワレまたは香料成分の他の組成物であってもよく、場合によってはさらに溶剤および／または他のアジュバントを含有している。

50

したがって賦香された好ましい消費者製品は、特に固体洗剤、石鹼およびクリーナーを含む。

#### 【0068】

以下の例は、本発明の実施および好ましい様式を例証する。しかしながら、これらの例は、本発明の範囲を何ら制限するものではないと理解されるべきである。本発明のカプセルの他の実施態様は、これに関する一般的な教示および以下の例に基づいて、容易に製造されてもよい。

#### 【0069】

##### 実施例

以下、例1～8は、第1表に挙げられた成分に基づいて製造された試料を用いて実施した。さらに、第1表は、それぞれの場合において得られた結果、たとえば、最終的な澱粉画分の含量、最終的なフレーバー装填量および製造におけるフレーバー損失量を示す。すべての例において蒸気圧は、25のPaで示し、かつ前記"EPI suite"ソフトウェアを用いてそれぞれの成分について測定した。さらに例1～8の結果を図1に示した。

#### 【0070】

##### 例1

###### 140での入口空気を用いての配合物1の乾燥

溶液を、Capsul<sup>(R)</sup> (National Strarchにより提供) 295g、クエン酸5gおよび温水500gを混合することによって、50で、澱粉が完全に溶解するまで、容器内で完全に溶解した。その後に、溶液を40でゆっくりと攪拌しながら維持した。リモネン200gを前記溶液中に注ぎ入れ、かつ高速剪断回転機/ステーターミキサUltra Turrax T50を用いて、10000rpmで、エマルジョンの平均液滴が2μm未満になるまで回転させた。リモネンは193Paの蒸気圧を有していた。

#### 【0071】

10

20

【表1】

第1表：入口温度およびフレーバー損失を有するマトリックス材料の組成

配合	例	PG (g)	スクロース (g)	Capsul® (g)	クエン酸 (g)	リモネン (g)	H <sub>2</sub> O (g)	入口ガス T°C	最終的な デンブン(被覆) 画分 W/W	最終的にフレーバー 装填量 W/W	フレーバー損失量 %
1	1	-	295	5	200	500	140	12.1		32.0	14.1
1	2	-	295	5	200	500	170	10.4		34.7	5.2
2	3	-	50	245	5	200	500	140	10.6	30.9	20.8
2	4	-	50	245	5	200	500	170	10.0	32.3	16.0
3	5	50	50	195	5	200	500	140	18.3	25.0	33.9
3	6	50	50	195	5	200	500	170	17.8	27.2	25.8
4	7	50	-	245	5	200	500	140	21.8	23.2	36.7
4	8	50	-	245	5	200	500	170	14.3	30.5	17.1

10

20

30

40

## 【0072】

天然澱粉タイプB 200 g (Roquette Freres SA)を、最初に、パイロットプラント多段階乾燥器 (Niro FSD0.8) 中に導入し、かつ密閉型ループ中に、すべての工程に亘って連続的に返送し、それというのもこの乾燥器は、微細な粒子を乾燥チャンバー中に返送するため備えられているためである。したがって、天然澱粉粒子の雲状物が、乾燥器の内部に生じた。

## 【0073】

10分後にエマルションを2液ノズルを用いて、この雲状物中に噴霧した。このノズルは1 mmの直径を有し、かつ25 ml/分の速度で、圧縮空気と一緒に供給した。この供

50

給流の速度は、ギアポンプを用いて 0.0571 / 分で維持した。

【0074】

チャンバーの頭部に達する主要な空気流を、 140 で、 60 kg / h の流速で維持した。チャンバーの底部に取り付けられた流動床は、 50 で温かい空気を 22 kg / h の速度で供給した。

【0075】

粉化剤をチャンバー中に返送する第 3 の空気流を 50 に加熱し、かつその流速は 10 kg / h であった。

【0076】

固定の供給流の流速が使用されるので、乾燥器の搬出空気温度は、乾燥器中で蒸発させた水の量ならびにカプセル封入するマトリックスの性質（吸湿性）に依存する。 10

【0077】

供給物を 10 分に亘って噴霧し、かつこの噴霧をその後に停止させた。流動床中に回収された顆粒は 15 分以上に亘って流動化中に維持されることで完全に乾燥し、かつ、その最終的な湿分含量を制御した。

【0078】

乾燥顆粒 180 g を、バタフライ弁を介して流動床と連結させたガラス容器中に回収した。 100 μm を下廻り、かつ 700 μm を上回る大きさを有する顆粒を搬出した後に、その平均粒径は 350 μm であった。

【0079】

冷水中で顆粒の一定量を溶解し、かつ生成物を濾過して、天然澱粉粒子を回収し、かつ乾燥後に、顆粒中に存在する乾燥天然澱粉の最終的な量を測定した。この値は、フレーバー損失量を算定するために使用した。 20

【0080】

この例において、 3.5 % w / w の天然澱粉が最終的な顆粒中に存在し、かつ、最終的なフレーバー損失量が 34 % w / w であるので、フレーバー損失量は使用されたフレーバーの最初の量の 18 % w / w であった。

【0081】

例 2

170 での入口空気を用いての配合物 1 の乾燥

例 1 と同様の配合および製造条件を使用した。 30

【0082】

加工条件は、主要な空気流を 170 に加熱することを除いてすべて同じであった。

【0083】

この例において、 10.1 % w / w の天然澱粉が最終的な顆粒中に存在していた。最終的なフレーバー装填量は 34.7 % w / w であり、かつリモネン損失量は、最初の量の 5.2 % w / w に過ぎなかった。

【0084】

例 3 および 4

それぞれ 140 および 170 での入口空気を用いての配合物 2 の乾燥

カプセル封入するマトリックス中でのいくらかのスクロースを用いて配合物を製造した（第 1 表参照）。例 1 と同様の製造条件を使用した。 40

【0085】

加工条件は例 1 とすべて同様であった。入口温度は、例 3 および例 4 において、それぞれ 140 および 170 であった。

【0086】

この例 3 において、 10.6 % w / w の天然澱粉が最終的な顆粒中に存在していた。最終的なフレーバー装填量は 30.9 % w / w であり、かつリモネン損失量は最初の量の 20.8 % w / w であり、この場合、これはむしろ経済的に顕著である。

【0087】

例4において、顆粒をより高い入口空気温度で乾燥させ、10.0%w/wの天然澱粉は、最終的な顆粒中に存在していた。最終的なフレーバー装填量は32.3%w/wであり、かつ、さらにリモネン損失量は、最初の量の16.0%w/wに過ぎなかった。

【0088】

例5および6

それぞれ140 および170 での入口空気を用いての配合物3の乾燥

カプセル封入するマトリックス中で、いくらかのスクロースおよびプロピレングリコール(PG)を用いて配合物を製造した(第1表参照)。例1と同様の製造条件を使用した。スクロースおよびプロピレングリコールを、Capsul<sup>(R)</sup>およびクエン酸と一緒に溶解した。

10

【0089】

加工条件は例1とすべて同様であった。入口空気温度は、例5および例6においてそれぞれ140 および170 であった。

【0090】

例5において、18.3%w/wの天然澱粉は最終的な顆粒中に存在していた。最終的なフレーバー装填量は25.0%w/w%であり、かつリモネン損失量は最初の量の33.9%w/wであった。

【0091】

例6において、顆粒をより高い入口空気温度で乾燥させ、17.8%w/wの天然澱粉は最終的な顆粒中に存在していた。最終的なフレーバー装填量は27.2%w/wであり、そしてリモネン損失量は、最初の量の25.8%w/wであった。

20

【0092】

例7および8

それぞれ140 および170 での入口空気を用いての配合物4の乾燥

カプセル封入するマトリックス中で、いくらかのプロピレングリコールを用いて、かつスクロースを有しない配合物を製造した(第1表参照)。同様の製造条件は、例1と同様に使用した。プロピレングリコールを、Capsul<sup>(R)</sup>およびクエン酸と一緒に溶解した。

【0093】

加工条件は、例1とすべて同様であった。入口空気温度は、例7および例8においてそれぞれ140 および170 であった。

30

【0094】

例7において、21.8%w/wの天然澱粉は、最終的な顆粒中に存在していた。最終的なフレーバー装填量は23.2%w/wのみであり、かつリモネン損失量は、最初の量の36.7%w/wであった。

【0095】

例8において、顆粒をより高い入口空気温度で乾燥し、かつ、14.3%w/wの天然澱粉が最終的な顆粒中に存在していた。最終的なフレーバー装填量は30.5%w/wであり、かつリモネン損失量は、例7よりもかなり小さく、その際、リモネンの最初の量の17.1%w/wのみが損失する。

【0096】

40

例9

カプセル封入されたストロベリーフレーバー

溶液を、754gの温水中で、300gのCapsul<sup>(R)</sup>、250gのマルトデキストリン18DEおよび50gのスクロースを50で、成分が完全に溶解するまで混合することによって製造した。その後に、溶液を40でゆっくりと搅拌しながら維持した。400gのストロベリータイプのフレーバー(出所: Firmenich SA, Geneva, Switzerland)を、前記溶液中に注ぎ入れ、かつ、高剪断のローター/ステーターミキサUltra Turrax T50を用いて、10000rpmで回転することでホモジナイズした。

【0097】

ストロベリーフレーバーは、83質量%の溶媒(トリアセチン、0.698Paの蒸気

50

圧 (vp) ) を含有していた。したがって、17質量%のストロベリーフレーバーは、Furanol<sup>(R)</sup> (Firmenich SAの商標; 14.7質量%の成分、vp = 0.125Pa) およびエチルブチレート (14.7質量%の成分、vp = 1964Pa) が最も顕著な成分であるフレーバー成分によって提供された。ストロベリーフレーバーの他の成分は、特に、2-メチル酪酸 (5.9質量%の成分、vp = 149Pa) およびエチル-2-メチル-ブタノエート (5.9質量%の成分、vp = 1070Pa) であった。

【0098】

主要な空気流の入口温度が190°であり、かつ流動床ガス温度が75°であることを除いて、例1と同様の方法を使用した。200μmを下廻り、かつ500μmを上回る大きさを有するカプセルを排除した後に、これらの平均直径は350μmであった。この例において、5.8質量%の天然澱粉 (粉化剤) が、最終的なカプセル (被覆) 中に存在していた。最終的なフレーバー装填量は35.2質量%であり、したがって、フレーバー損失量は、使用されたフレーバーの最初の量の10%w/wであった。

【0099】

例10

カプセル封入されたミントフレーバー

溶液を、754gの温水中で、300gのCapsul<sup>(R)</sup>、250gのマルトデキストリン18DEおよび50gのスクロースを、50°で、成分が完全に溶解するまで混合することによって製造した。その後にこの溶液を40°でゆっくりと攪拌しながら維持した。メントールをミントフレーバー中に溶解し、かつ、400gのこのフレーバー混合物を、前記溶液中に注ぎ入れ、かつ高剪断のローター/ステーターミキサUltra Turrax T50を用いて10000rpmで回転させてホモジナイズした。ミントフレーバーの10質量%を上回るフレーバー成分は、1Paを上回る蒸気圧を有する化合物によって提供された。

【0100】

例9と同様の方法を使用した。200μmを下廻り、かつ500μmを上回る大きさを有するカプセルを排除した後に、その平均直径は350μmであった。得られたカプセルは7.1質量%の天然澱粉 (被覆) および33.3質量%の最終的なフレーバー装填量を有していた。

【0101】

例11および12

本発明のカプセルを含有する食品

例11

カプセル封入されたフレーバーを含有する糖不含のチューリングガム

以下に示す成分を有する砂糖不含のチューリングガムを製造した：

【表2】

成分	百分率(%)
ガムベース (Cafosa <sup>®</sup> Gum Base Co., Spain)	30.00
結晶ソルビトール粉末	53.85
マンニトール	4.00
ソルビトール 70% 溶液	10.00
グリセリン	2.00
アセスルファムカリウム	0.05
Aspartame <sup>®</sup>	0.10
合計	100.00

【0102】

10

20

30

40

50

チューインガムを、以下の一般的な方法にしたがって製造した：結晶ソルビトール、マンニトール、アセスルファムカリウム及びAspartame (R) を乾燥配合して、配合された甘味料の粉末を形成する。この甘味料ブレンドの半分を、シグマブレードミキサ (Sigma-blade mixer) に添加した。ガムベースを加熱することにより柔らかくし、かつシグマブレードミキサに添加し（約55の温度での混合を可能にする加熱した水ジャケットを備えたもの）、かつ2分に亘って混合した。その後に、残存する甘味料ブレンドおよびすべての液体成分（ソルビトール70%溶液およびグリセリン）をミキサ中に添加し、かつさらに7分に亘って混合した。12分の全混合時間後に、フレーバーを付与されていないガムベースを除去し、かつこれにカプセル封入したフレーバーをこれに添加した（以下参照）。その後に、フレーバーを付与されたガムベースを所望の厚さに成形し、そしてペレット形成機（LWS 80（Hermann Linden, Maschinenfabrik GmbH & Co. KG（ドイツ）社製））に導通させて、それぞれ2gの小さいチューインガムペレットを作製した。

【0103】

チューインガムの4個の異なる試料を、それぞれストロベリーおよびミントフレーバーの等価の装填量をベースとして製造した。これらの試料の一つを、例9のカプセル0.57質量%を用いてフレーバーを付与し、かつ、比較のために1個の試料を、通常の噴霧乾燥によってカプセル封入された等価の装填量のストロベリーフレーバーを添加することによってフレーバーを付与した。

【0104】

試料3および4において同様に、チューインガムを例10のカプセル0.6質量%を添加することによりミントフレーバーでフレーバーを付与し、かつ比較のために、通常の噴霧乾燥によりカプセル封入されたミントフレーバーの等価の装填量を添加することによりフレーバーを付与した。

【0105】

感覚評価盲試験において、訓練を受けたパネリストは、より高い感覚的に増加したインパクトおよびより高い認知しうるフレーバー強度を、本発明によるカプセルを含むミントフレーバーを付与されたチューインガムを噛んだときに、通常の噴霧乾燥カプセルで同様にフレーバー付与されたされたものと比較することで見出した。

【0106】

例12

カプセル封入されたフレーバーを含有する糖不含のハードボイルドキャンディー

糖不含のハードボイルドキャンディーは、以下に示す成分を用いて製造した：

10

20

30

## 【表3】

<u>成分</u>	<u>百分率(%)</u>	
<u>部分1</u>		
Aspartame <sup>®</sup>	10.00	
アセスルファムカリウム	5.00	
水	<u>85.00</u>	
合計	100.00	10
<u>部分2</u>		
クエン酸溶液(50% 固体)	0.75	
<u>部分3</u>		
Isomalt <sup>®</sup>	100.00	
水	<u>30.00</u>	
合計	100.00	20

## 【0107】

Aspartame<sup>®</sup> およびアセスルファムカリウムを乾燥配合し、粉末を形成して、ゆっくりと水中に添加し、かつ混合して均一に高い強度の甘みを有する溶液を形成した。

## 【0108】

銅製パンにおいて、100gのIsomalt<sup>®</sup> および30gの水を添加した。銅製パンの内容物をガス調理器中で攪拌しながら160℃に加熱した。160℃で、銅製パンを調理器から取り除き、かつ40℃で水浴中に置き、そして数分後に取り除いた。

## 【0109】

ストロベリーフレーバーに関して：温度が135℃に達するやいなや、高い強度の甘みを有する溶液(1.0ml)をIsomalt混合物に添加し、引き続いてクエン酸溶液(1.50ml)を添加し、かつスパチュラを用いて混合した。0.17質量%のフレーバーカプセル(例9)を、注意深く、溶融したキャンディーの上表面上に塗りつけることによって添加し、かつその後に、溶融したキャンディー中によく混合し、結果として、カプセル封入されたフレーバーを含む溶融されたキャンディー100質量%を生じた。最終的に、溶融したキャンディーを、Teflon<sup>®</sup>金型の突き出しピン(ejector-pins)中に注ぎ入れた。固化後に、糖不含のハードボイルドキャンディーを手操作で、Teflon<sup>®</sup>金型の突き出しピンから押し出した。

## 【0110】

ミントフレーバーに関して：温度が135℃に達するやいなや、高い強度の甘みを有する溶液(1.0ml)を添加し、かつスパチュラを用いて混合した。0.81質量%のカプセル封入したフレーバーカプセル(例10)を、注意深く、溶融したキャンディーの上表面上に塗りつけ、かつその後に溶融したキャンディー中によく混合することにより添加し、結果として、カプセル封入したフレーバーを含む溶融したキャンディー100質量%を生じた。最終的に、溶融したキャンディーを、前記に示したようにして、注ぎ入れて固化した。

## 【0111】

本発明のハードボイルドキャンディーを、盲試験上で、感覚パネルにより別個に、ストロベリーおよびミントフレーバーの等価の装填量を含有するハードボイルドキャンディー

30

40

50

について比較したが、しかしながら、これらはそれぞれ、その中に乳化したフレーバーを含有する溶融された担体物質をスクリュー押出することによってカプセル封入されたものである。本発明のカプセルを含有するハードボイルドキャンディーは、同様の最初の増加したインパクトを有するが、しかしながら、通常のスクリュー押出によって得られたカプセルでフレーバー付与されたハードボイルドキャンディーの何倍も高いフレーバー強度を長時間に亘って示していた。

【0112】

例 13 ~ 16

本発明のカプセルを含有する食品

本発明のフレーバーカプセルのドウ中の性能 (in-dough performance) を、種々のフレーバートナリティ (tonality) に関して液体および常用の噴霧乾燥された形と比較した。クッキーおよびクラッカー食品中で評価されたトナリティは、第II表に示した。The American Association of Cereal Chemists method (AACC) - 10-50Dを、クッキーを製造するために使用した。

【0113】

【表4】

第II表: 種々の適用において評価されたフレーバートナリティ

食品適用	フレーバートナリティ
クッキー	バター
チョコレートクッキー	ミント
クラッカー	バター
チーズクラッcker	ベーコン

【0114】

クッキーおよびクラッckerを、通常の方法で、以下に示す配合を用いて通常の方法で製造し、これに関して、それぞれ第II表に示した適切なフレーバーのそれぞれ等価の量を添加し、比較のために3個の形にした: 液体の形のフレーバー、通常の噴霧乾燥粉末および本発明により得られたカプセルの形の粉末。

【0115】

10

20

30

## 【表5】

クッキー

成分	質量%
糖(顆粒)	27.51
野菜ショートニング	13.54
塩	0.44
重炭酸ナトリウム	0.53
デキストロース溶液 (4.0% /水)	10.37
小麦粉 (無漂白 AP)	47.61
合計	100.00

10

チョコレートクッキー

成分	質量%
糖(顆粒)	26.51
野菜ショートニング	12.54
塩	0.44
重炭酸ナトリウム	0.53
デキストロース溶液 (4.0% /水)	10.37
小麦粉(無漂白 AP)	46.61
ココア粉末	3.00
合計	100.00

20

## 【0116】

【表6】

チーズクラッカー

成分	質量 %
小麦粉 (無漂白 AP)	49.14
糖	2.45
NFDM	0.82
澱粉 (Baka-Snak <sup>®</sup> )	2.45
不活性乾燥酵母	0.49
ブロックチェダー	10.00
塩	0.82
ベーキングソーダ	0.29
リン酸一カルシウム	0.65
野菜ショートニング	8.18
アンナットエキス (Warner) 2.7%	0.16
セイバリーフレーバー 570593*	0.40
重炭酸アンモニウム	0.98
水	23.17
合計	100.00

\*Firmenich SA

10

バタークラッカー

成分	質量 %
小麦粉 (無漂白 AP)	54.82
糖	2.74
NFDM	0.91
澱粉 (Baka-Snak <sup>®</sup> )	2.74
不活性乾燥酵母	0.55
塩	0.91
ベーキングソーダ	0.32
リン酸一カルシウム	0.73
野菜ショートニング	9.14
重炭酸アンモニウム	1.10
水	26.04
合計	100.00

20

30

## 【0117】

クッキーをZiploc<sup>®</sup>型パック(低密度ポリエチレン)中に密閉し、かつ室温で維持した。2週間に亘っての貯蔵後および感覚評価後に、これらを、10週間までヒートシールしたアルミニウムホイルパウチ中に詰め、かつ第2の感覚評価をおこなった。

## 【0118】

感覚評価の結果

40

2種の感覚評価を、ベーキング後2週間および10週間で、30人の消費者モデル感覚パネルを用いて、たとえば全体的なフレーバー強度、噛んでいる間のフレーバー強度、嚥下後のフレーバー強度および全体的なフレーバー性能の属性について実施した。試験は、平衡ランダムブロックデザインを用いて実施し、かつパネル応答は0~10ポイントのスケール上で記録した。このデータを、分散分析を用いて統計学的に分析した。

## 【0119】

すべてのこれらの盲評価試験において、結果は同じであった：本発明による方法によってカプセル封入されたフレーバーを含有するクッキーおよびクラッカーは、液体または通常の噴霧乾燥された形で等価の量のフレーバーを含有するものよりも、一貫して良好に機能すると判断され、かつこれは、前記に示すすべての感覚的属性において、本発明のフレ

50

ーバー付与されたカプセルが、ベーカリー適用に関して最良のフレーバー系を構成することを示した。

【0120】

例17

本発明によるカプセルを含有するパヒュームの製造

パヒュームを含有するカプセルを、以下の成分を用いて製造した：

【表7】

成分	質量部	
Capsul <sup>®</sup> (National Starch)	746	10
ラベンダーパヒューム (Firmenich)	450	
天然コーンスターチタイプB (Roquette)	10	

【0121】

方法：

固体を、1196部の水およびこの溶液中に乳化すべきパヒューム中で、高剪断ローターステーター ホモジナイザーを用いて溶解した。

【0122】

この賦香されたエマルションの噴霧乾燥を、例1に記載されたように本発明にしたがって、ホットガスとしての空気を用いて150の入口温度で実施した。噴霧ノズルを用いて、供給されたエマルションを粗い液滴が形成されるように噴霧した。これらの液滴は、その脱水および凝固防止特性のために選択されたNative Corn Starchの雲状物中に落下させた。粉末は、湿潤エマルションの液滴によりその経過中で受け止められ、かつ、保護層を形成して、粉末の互いのあるいは噴霧乾燥器のチャンバー壁上への粘着を防止する。このチャンバーの底で、粉末被覆された液滴を回収し、かつ乾燥させることで、最終的な乾燥ビーズレットを生じた。

【0123】

生じる賦香された顆粒は、25.5%のラベンダーパヒュームを含有しており、この場合、これは蒸気蒸留によって測定された。顆粒のかさ密度は0.500 g / m<sup>3</sup>で測定され、かつ爆発性(explosivity)は103 bar × m / s (KST)で測定し、ST-1のダストハザードクラスを生じた。造粒されたパヒュームの平均粒径は、250 μで測定された。

【0124】

例18

造粒されたパヒュームの吸湿性

造粒されたパヒュームの吸湿性(水を吸収する傾向)は、Dynamic Vapor Sorption (Surface Measurements Systems Ltd, 3 Warple Mews, Warple Way, London, W3 0RFによって市販されている)中で測定され、増加した相対的湿分(40%、50%、60%、70%、80%、90%)で、37で2種の粉末のいわゆる「融点」ならびに湿分チャンバー中で秤上に配置された粉末の質量における差異を測定した。

【0125】

本発明の範囲内において「融点」とは、粉末多くの水を吸収することにより、その粉末様の外観を失い、かつ液体のように流動し始める(すなわちこれが「溶融」である)相対的湿度に関する。これが生じる比相対的湿度は、カプセル封入された揮発性パヒュームの放出を介して観察された質量損失によって測定することができる。

【0126】

カプセル封入されたパヒュームはチャンバー内部の秤上に置かれ、そこで、相対空気湿度が2時間毎に10%ずつ、40%の相対湿度から出発して増加する。最初に、マイクロカプセル封入されたパヒュームの暴露された試料は、湿分の増加につれて水の吸収によって質量が増加する。マイクロカプセル化されたパヒュームまたはフレーバーが粉末を維持

20

30

40

50

し、かつ「溶融」していない場合には、その質量は依然として一定の湿度において2時間に亘って一定のままであってもよい。マイクロカプセル封入されたパヒュームが、「溶融」を開始する場合には、カプセル封入物はもはやカプセルマトリックスの内部で保護されることはなく、チャンバーの蒸発が開始され、かつ結果として生じる粉末の質量損失が観察される。

【0127】

したがって、例17の造粒されたパヒュームはこの方法によって試験され、かつ90%の相対湿度であってさえも「溶融」することはなかった。この分析は、造粒されたパヒュームが、高められた湿度であってさえも依然として安定であることを示した。

【0128】

10

例19

洗濯用粉末洗剤中の造粒されたパヒュームのフレグランス放出

洗剤組成物は、7.8部のナトリウムデシルベンゼンスルホネート、4部のDobanol<sup>(R)</sup> 45-7(直鎖第1級アルコールエトキシレートC14~15-7EO)、21部の炭酸ナトリウム、30.2部のゼオライトA、12部の硫酸ナトリウムおよび25部の過ホウ酸ナトリウムを混合することによって製造した。この組成物は、洗剤粉末組成物のためのベースである。

【0129】

前記の洗剤組成物110gに対して、25.5%のカプセル封入されたラベンダーパヒュームを含有する例17の造粒されたパヒューム1.000質量%を添加して、本発明による洗剤を製造した。

20

【0130】

比較のための洗剤において、通常の噴霧乾燥工程を介してカプセル封入されたラベンダーパヒュームの等価の量を、洗剤組成物110gに対して添加した。

【0131】

双方の洗剤試料を37および70%の相対湿度で、1ヶ月に亘って、密閉した紙容器中で保存した。その後に洗浄を、双方の熟成させた(aged)洗剤試料を用いて、前方装填型(front loading type)の通常の自動洗浄機(Miele<sup>(R)</sup> Professional WS 5425)中で、95で、テリーコットンタオル2.5kgの装填量で実施した。新鮮に洗浄されたテリーコットンタオルを、盲試験において40人のパネリストにより、その嗅覚的強度について評価し、かつ、40人のパネリストのうち35人で、本発明による造粒されたパヒュームを含有する洗剤を用いて洗浄されたテリータオルの香気が、通常のカプセル封入されたパヒュームを含有する洗剤を用いて洗浄されたテリータオルのものと比較して、はるかに強いことを見出した。実際に、本発明によるカプセルは、古典的な噴霧乾燥工程により得られたカプセルよりも、洗浄機中でのよりゆっくりとした希釈速度を示し、したがって、パヒュームは察するところ良好に保持され、したがってより多くの量が、賦香された洗剤を用いて処理した布地に移行した。

30

【0132】

例20

本発明によるカプセルを含有するパヒュームの製造およびその石鹼中での使用

40

A. カプセルを含有するパヒュームは、以下の成分を用いて製造した：

【表8】

成分	質量部
PVOH* (ポリビニルアルコール)	519
パヒューム (Firmenich) **	410
スクロース	70
消泡剤	1

\* ERKOL<sup>®</sup> V03/140; 出所: ACETEX EXPERIMENTAL.

10

\*\* フローラル、シトラス、フルーティー、グリーン、ムスキーおよびウッディーキャラクタを有するパヒューム

## 【0133】

## 方法:

固体を、2000部の水およびこの溶液中に乳化すべきパヒューム中に、高剪断ローター/ステーター/モジナイザーを用いて溶解した。この賦香されたエマルジョンの噴霧乾燥を、本発明にしたがい、例1に記載されたようにホットガスとしての空気を用いて150の入口温度で実施した。噴霧ノズルを用いて、供給されたエマルジョンを、粗い液滴を形成するようにして噴霧した。その脱水および凝固防止特性のために選択されたNative Corn Starchの雲状物中に、これらの液滴を落下させた。この粉末は、湿潤エマルジョン液滴によってその経過中で受け止められ、かつ保護層を生じ、粉末の互いのまたは噴霧乾燥器のチャンバー壁上への粘着を防止した。このチャンバーの底において、粉末被覆された液滴を回収し、かつ乾燥させて、最終的な乾燥ビーズレットを生じた。

20

## 【0134】

生じる賦香された顆粒は、25.9質量%のパヒュームおよび20.7質量%の天然澱粉を含有していた。

## 【0135】

## B. 石鹼ベースの組成

標準的な獸脂ベースR0Z96/01 (PRISAVON 9250, Uniqema, the Netherlands)を使用し、この場合、これは以下の組成を有していた:

30

## 【表9】

成分	質量 %
全脂肪分: 獣脂ナトリウムおよびパーム核油ナトリウムの混合物	79.5-82.5
水	10-13
NaCl	0.3-0.5
グリセリン	0.2-0.4
遊離アルカリ度	0.01-0.05

40

## 【0136】

## C. カプセルを有するソープバーの製造

対照群の石鹼を、標準的な石鹼ベース中に、1質量%のオイルフレグランスをステンレス鋼皿中で、プラスチック製のスパチュラを用いて混合することによって製造した。10または15分に亘っての吸収後に、石鹼を2回に亘って35および40で押し出し、均一かつ圧縮した石鹼スラッグを得た。石鹼スラッグを切断し、かつ石鹼を50gのステンレス角形金型を備えたRMTプレス上で型押しして、ポリエチレンフィルムで包装した。

50

## 【0137】

本発明による賦香カプセルを含有するソープバーは、同様の方法で、石鹼フレグランス中1質量%のフレグランスを得るために要求される量で、石鹼ベース中に粉末を混合することによって、同様の方法で製造した。

## 【0138】

## D. 評価および結果

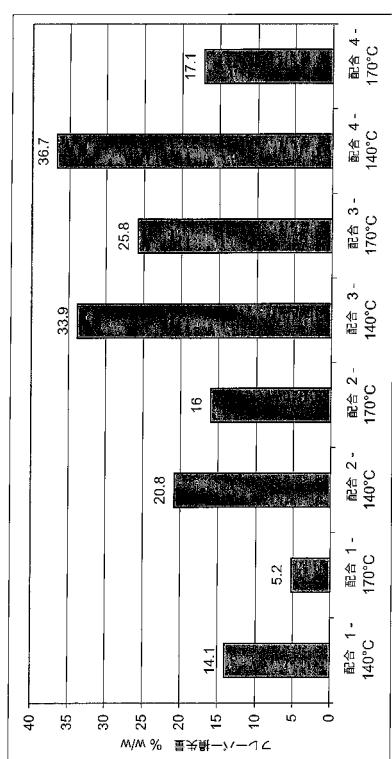
ソープバーの嗅覚的評価は、専門家による盲試験上でおこない、かつ、液体オイルのみで賦香されたバーよりも、賦香されたカプセルを含有するソープバーが、顕著に良好に機能することを示し、その際、その使用におけるパヒュームの拡散およびブルーミング(blooming)効果は、液体オイルのみを含有する対照群のソープバーと比較して良好であるとして判定された。10

## 【図面の簡単な説明】

## 【0139】

【図1】本発明による空気入口温度でのガラス状マトリックス中へのカプセル封入中におけるリモネンの損失量を示すグラフ図

【図1】



## フロントページの続き

			F I		
A 6 1 K	8/19	(2006.01)	A 6 1 K	8/19	
A 6 1 K	8/24	(2006.01)	A 6 1 K	8/24	
A 6 1 K	8/36	(2006.01)	A 6 1 K	8/36	
A 6 1 Q	13/00	(2006.01)	A 6 1 Q	13/00	1 0 1
A 6 1 Q	19/10	(2006.01)	A 6 1 Q	19/10	
A 2 3 L	1/22	(2006.01)	A 2 3 L	1/22	A
A 2 3 G	4/00	(2006.01)	A 2 3 L	1/22	C
C 1 1 D	3/50	(2006.01)	A 2 3 G	3/30	
C 1 1 D	9/44	(2006.01)	C 1 1 D	3/50	
A 6 1 K	8/97	(2006.01)	C 1 1 D	9/44	
			C 1 1 B	9/00	A
			A 6 1 K	8/97	

(74)代理人 100135633

弁理士 二宮 浩康

(74)代理人 100114890

弁理士 アインゼル・フェリックス=ラインハルト

(72)発明者 ジル トロファルディ

フランス国 ジェクス リュ ドゥ プレ ド レタン 607

審査官 井上 恵理

(56)参考文献 米国特許出願公開第2004/0001891(US, A1)

国際公開第91/017821(WO, A1)

特開昭58-055412(JP, A)

国際公開第2004/062382(WO, A1)

特表2001-518135(JP, A)

特開2003-135002(JP, A)

特開昭58-126752(JP, A)

特表平10-505239(JP, A)

特開昭60-172343(JP, A)

特開昭62-103013(JP, A)

特開昭61-078432(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 1 1 B 1/00-15/00

B 0 1 J 13/04

A 6 1 K 8/00-8/99

A 6 1 Q 1/00-99/00

C 1 1 D 1/00-9/00