



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) PI 0720888-0 A2



(22) Data de Depósito: 27/12/2007
(43) Data da Publicação: 25/03/2014
(RPI 2255)

(51) Int.Cl.:
A61K 47/48
C08B 37/00

(54) Título: COMPLEXOS DE INCLUSÃO DE
CICLODEXTRINA E MÉTODOS DE PREPARAR OS
MESMOS

(57) Resumo:

(30) Prioridade Unionista: 27/12/2006 US 60/877.463,
27/12/2006 US 60/877.489

(73) Titular(es): Cargill, Incorporated

(72) Inventor(es): Ken Strassburger

(74) Procurador(es): Nellie Anne Daniel-Shores

(86) Pedido Internacional: PCT US2007088929 de
27/12/2007

(87) Publicação Internacional: WO 2008/083213de
10/07/2008

“COMPLEXOS DE INCLUSÃO DE CICLODEXTRINA E MÉTODOS DE PREPARAR OS MESMOS”

REFERÊNCIA CRUZADA AOS PEDIDOS RELACIONADOS

5 Este pedido reivindica o benefício do Pedido U.S. Série Nº 60/877.489, depositado em 27 de Dezembro de 2006, e Pedido U.S. Série Nº 60/877.463, depositado em 27 de Dezembro de 2006, ambos os quais são incorporados neste relatório como referência.

FUNDAMENTOS

As Patentes U.S. seguintes divulgam o uso de ciclodextrinas para complexar várias moléculas adventícias, e são, neste relatório, integralmente incorporadas como referência:

10 Pat. U.S. Nºs 4.296.137, 4.296.138 e 4.348.416 para Borden (material flavorizante para o uso em goma de mascar, dentífrícios, cosméticos, etc.); 4.265.779 para Gandolfo *et al.* (supressores de espuma em composições detergentes); 3.816.393 e 4.054.736 para Hyashi *et al.* (prostaglandinas para o uso como um produto farmacêutico); 3.846.551 para Mifune *et al.* (composições inseticidas e acaricidas); 4.024.223 para Noda *et al.* (mentol, salicilato de metila e semelhantes); 4.073.931 para Akito *et al.* (nitroglicerina); 4.228.160 para Szjetli *et al.* (indometacina); 4.247.535 para Bernstein *et al.* (inibidores do complemento); 4.268.501 para Kawamura *et al.* (ingredientes ativos antiasmáticos); 4.365.061 para Szjetli *et al.* (complexos de ácidos inorgânicos fortes); 4.371.673 para Pitha (retinóides); 4.380.626 para Szjetli *et al.* (regulador do crescimento vegetal hormonal), 4.438.106 para Wagu *et al.* (ácidos graxos de

15 cadeia longa úteis para reduzir colesterol); 4.474.822 para Sato *et al.* (complexos de essência de chá); 4.529.608 para Szjetli *et al.* (aroma de mel), 4.547.365 para Kuno *et al.* (complexos que ativam a ondulação do cabelo); 4.596.795 para Pitha (hormônios sexuais); 4.616.008 para Hirai *et al.* (complexos antibacterianos); 4.636.343 para Shibantai (complexos inseticidas), 4.663.316 para Ninger *et al.* (antibióticos); 4.675.395 para Fukazawa *et al.* (hinokitiol); 4.732.759 e 4.728.510 para Shibantai *et al.* (aditivos para banho); 4.751.095 para Karl *et al.* (aspartame); 4.560.571 (extrato de café); 4.632.832 para Okonogi *et al.* (pó para creme instantâneo); 5.571.782, 5.660.845 e 5.635.238 para Trinh *et al.* (perfumes, sabores, e produtos farmacêuticos); 4.548.811 para Kubo *et al.* (loção ondulante); 6.287.603 para Prasad *et al.* (perfumes, sabores, e produtos farmacêuticos); 4.906.488 para Pera (aromatizantes, sabores, medicamentos e pesticidas); e 6.638.557 para Qi *et al.* (óleos de peixe).

20
25
30

As ciclodextrinas são descritas ainda nas publicações seguintes, as quais também são incorporadas neste relatório como referência: (1) Reineccius, T.A., *et al.* “Encapsulation of flavors using cyclodextrins: comparison of flavor retention in alpha, beta, and gamma types”. Journal of Food Science. 2002; 67(9): 3271-3279; (2) Shiga, H., *et al.* “Flavor encapsulation and release characteristics of spray-dried powder by the blended encapsulant of cyclodextrin and gum arabic”. Marcel Dekker, Incl., www.dekker.com. 2001; (3) Szenté L., *et al.* “Molecular Encapsulation of Natural and Synthetic Coffee Flavor com β -cyclodextrin”.

35

Journal of Food Science. 1986; 51(4): 1024-1027; (4) Reineccius, G.A., *et al.* "Encapsulation of Artificial Flavors by β -cyclodextrin". Perfumer & Flavorist (ISSN 0272-2666) An Allured Publication. 1986: 11(4): 2-6; e (5) Bhandari, B.R., *et al.* "Encapsulation of lemon oil by paste method using β -cyclodextrin: encapsulation efficiency and profile of oil volatiles". J. Agric. Food Chem. 1999; 47: 5194-5197.

SUMÁRIO

A presente invenção fornece um produto compreendendo um adventício complexado com uma ciclodextrina e um produto com degradação de adventício, o produto tendo uma razão de adventício para produto com degradação de adventício de pelo menos cerca de 5:1 quando armazenado durante pelo menos cerca de 30 dias em uma temperatura de pelo menos cerca de 31,1 °C (88 °F).

A presente invenção também fornece um produto compreendendo um adventício complexado com uma ciclodextrina, em que uma concentração de um adventício no produto diminui por não mais do que cerca de 25 % em cerca de 30 dias em uma temperatura de pelo menos cerca de 31,1 °C (88 °F).

Além disso, a presente invenção fornece um produto compreendendo um adventício complexado com uma ciclodextrina, em que o adventício diminui em concentração durante um período de tempo, e em que a diminuição em concentração do adventício no produto depois de cerca de 30 dias é menor do que a diminuição em concentração do adventício em um controle.

Além disso, a presente invenção fornece um produto compreendendo um adventício complexado com uma ciclodextrina e um produto com degradação de adventício, em que o produto com degradação de adventício está presente em uma concentração depois de cerca de 30 dias, que é menor do que uma concentração do produto com degradação de adventício em um controle depois de cerca de 30 dias.

A presente invenção também fornece um produto compreendendo um adventício complexado com uma ciclodextrina e um produto com degradação de adventício, em que a formação do produto com degradação de adventício é reduzida por pelo menos cerca de 200 % em comparação à formação de um produto com degradação de adventício em um controle.

A presente invenção fornece um produto compreendendo um ácido graxo poliinsaturado e uma ciclodextrina, em que o ácido graxo poliinsaturado é complexado à ciclodextrina.

Além disso, a presente invenção fornece um método para reduzir a degradação de um adventício em um produto com o passar do tempo, compreendendo adicionar um adventício complexado com uma ciclodextrina ao produto, em que o adventício é complexado com a ciclodextrina na presença de um emulsificador e em que a degradação do adventício é

reduzida por cerca de 25 % devido à complexação do adventício com a ciclodextrina em comparação a um controle.

Além disso, a presente invenção fornece um método para reduzir uma diminuição em concentração de um adventício em um produto com o passar do tempo, compreendendo adicionar um adventício complexado com uma ciclodextrina ao produto, em que a diminuição em concentração do adventício é reduzida por pelo menos cerca de 25 % devido à complexação do adventício com uma ciclodextrina em comparação a um controle.

A presente invenção também fornece um método para aperfeiçoar a estabilidade do flavor de um produto quando exposto à luz, compreendendo adicionar um adventício complexado com uma ciclodextrina ao produto, em que a estabilidade do flavor é aperfeiçoada por pelo menos cerca de 25 % em comparação a um controle.

Outras características e aspectos da invenção tornar-se-ão evidentes em consideração à descrição detalhada e desenhos anexos.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

A FIG. 1 é uma ilustração esquemática de uma molécula de ciclodextrina tendo uma cavidade, e uma molécula adventícia mantida dentro da cavidade.

A FIG. 2 é uma ilustração esquemática de uma nanoestrutura formada por moléculas de ciclodextrina autorreunidas e moléculas adventícias.

A FIG. 3 é uma ilustração esquemática da formação de um complexo de inclusão de diacetila-ciclodextrina.

A FIG. 4 é uma ilustração esquemática de uma nanoestrutura formada por moléculas de ciclodextrina autorreunidas e moléculas de diacetila.

A FIG. 5 é uma ilustração esquemática da formação de um complexo de inclusão de citral-ciclodextrina.

A FIG. 6 é uma ilustração esquemática de uma nanoestrutura formada por moléculas de ciclodextrina autorreunidas e moléculas de citral.

A FIG. 7 ilustra um mecanismo de degradação para citral.

A FIG. 7A é uma ilustração esquemática de um modelo trifásico usado para representar um sistema adventício-ciclodextrina-solvente.

As FIGS. 8 a 11 ilustram o efeito de ciclodextrina em níveis de citral e desvio de notas formado de acordo com o Exemplo 20.

As FIGS. 12 a 15 ilustram o efeito de ciclodextrina em níveis de citral e desvio de notas formado de acordo com o Exemplo 21.

As FIGS. 16 e 17 ilustram os resultados de uma análise sensorial descrita no Exemplo 34.

As FIGS. 18 e 19 ilustram o efeito de ciclodextrina em níveis de sabores de nota importantes e desvio de notas formado de acordo com os Exemplos 35 a 37.

A FIG. 20 mostra os resultados do experimento apresentado no Exemplo 38.

As FIGS. 21 a 23 mostram as bebidas em frasco do experimento apresentado no Exemplo 40.

5 As FIGS. 24 a 26 mostram os resultados para desvio de notas típico para citral a partir do Exemplo 40A.

A FIG. 27 mostra os valores de $\log(P)$ para uma variedade de adventícios.

A FIG. 28 mostra estabilidade/desenvolvimento de método de complexos de citral-ciclodextrina.

10 A FIG. 29 mostra comparações de estabilidade de quatro bebidas contendo diversas quantidades e formas de citral e ciclodextrina.

A FIG. 30 mostra as comparações de estabilidade de duas bebidas contendo diversas quantidades e formas de citral e ciclodextrina.

A FIG. 31 mostra a estabilização do teor de citral, cor e vitamina com ciclodextrina.

DESCRIÇÃO DETALHADA

15 Antes que quaisquer modalidades da invenção sejam explicadas em detalhe, deve ser entendido que a invenção não é limitada em sua aplicação aos detalhes de construção e ao arranjo de componentes apresentados na descrição seguinte ou ilustrados nos desenhos seguintes. A invenção é passível de outras modalidades e de ser praticada ou realizada de várias maneiras. Também, deve ser entendido que a fraseologia e terminologia usadas neste relatório são para o propósito de descrição e não devem ser consideradas como limitantes. O uso dos termos “incluindo”, “compreendendo”, ou “tendo” e variações dos mesmos
20 neste relatório abrange os itens listados depois deles e seus equivalentes, assim como itens adicionais. A menos que especificado ou limitado de outro modo, os termos “montado”, “conectado”, “sustentado”, e “ligado” e variações dos mesmos são usados amplamente e abrangem montagens, conexões, suportes, e ligações tanto diretos quanto indiretos. Além disso, os termos “conectado” e “ligado” não estão restritos a conexões ou ligações físicas ou mecânicas.

Também é entendido que qualquer variação numérica citada neste relatório inclui todos os valores a partir do valor mais baixo ao valor mais alto. Por exemplo, se uma faixa
30 de concentração é estabelecida como 1 % a 50 %, é intencionado que valores tais como 2 % a 40 %, 10 % a 30 %, ou 1 % a 3 %, etc., sejam expressamente enumerados neste relatório descritivo. Estes são apenas exemplos do que é especificamente intencionado, e todas as combinações possíveis de valores numéricos entre o valor mais baixo e o valor mais alto enumerados devem ser consideradas a serem expressamente estabelecidas neste pedido.

35 Em uma modalidade, a presente invenção fornece um produto compreendendo pelo menos um complexo de inclusão de adventício-ciclodextrina e pelo menos um produto com degradação de adventício, o produto tendo uma razão de adventício para produto com de-

gradação de adventício de pelo menos cerca de 10:1 durante pelo menos 60 dias sob condições de armazenamento aceleradas, tais como 31,1 graus C (88 graus F) ou 37,7 graus C (100 graus F). Adequadamente, a razão pode ser de pelo menos cerca de 5:1, cerca de 7:1, cerca de 15:1 ou cerca de 20:1. Adequadamente, a estabilidade pode ser medida durante cerca de 30 dias, cerca de 45 dias, cerca de 75 dias ou cerca de 90 dias.

Em uma outra modalidade, a presente invenção fornece um produto compreendendo um adventício complexado com ciclodextrina, o adventício tendo uma concentração que diminui no produto durante um período de tempo tal como 42 dias, a diminuição em concentração do adventício no produto sendo menor do que uma diminuição em concentração do mesmo adventício em um segundo produto compreendendo pelo menos um adventício não complexado. Por exemplo, a diminuição em concentração de adventício quando este é complexado com uma ciclodextrina é de cerca de 55 % menor do que a diminuição em concentração de um adventício não complexado. Adequadamente, a diminuição em concentração de adventício quando este é complexado com uma ciclodextrina é de cerca de 25 % menor do que a diminuição em concentração de um adventício não complexado ou cerca de 45 % menor ou cerca de 75 % menor do que a diminuição em concentração de um adventício não complexado. Adequadamente, a estabilidade pode ser medida durante cerca de 30 dias, cerca de 45 dias, cerca de 60 dias, cerca de 75 dias ou cerca de 90 dias.

Ainda em uma outra modalidade, a presente invenção fornece um produto compreendendo pelo menos um complexo de inclusão de adventício-ciclodextrina, em que o produto contém pelo menos um produto com degradação de adventício e em que a concentração do produto com degradação de adventício depois de cerca de 30 dias é menor do que a concentração do produto com degradação de adventício em um segundo produto compreendendo pelo menos um adventício não complexado depois de cerca de 30 dias. Adequadamente, a estabilidade pode ser medida durante cerca de 45 dias, cerca de 60 dias, cerca de 75 dias ou cerca de 90 dias.

Em uma modalidade adicional, a presente invenção fornece um produto compreendendo um complexo de inclusão de adventício-ciclodextrina, em que uma concentração do adventício no produto diminui por não mais do que cerca de 25 % em cerca de 30 dias sob condições de armazenamento aceleradas, tais como 31,1 graus C (88 graus F) ou 37,7 graus C (100 graus F). Adequadamente, a diminuição é de não mais do que cerca de 35 % ou não mais do que cerca de 50 %. Adequadamente, a estabilidade pode ser medida durante cerca de 45 dias, cerca de 60 dias, cerca de 75 dias ou cerca de 90 dias.

Em uma modalidade adicional, a presente invenção fornece um produto compreendendo pelo menos um complexo de inclusão de adventício-ciclodextrina e pelo menos um produto com degradação de adventício e em que a formação do produto com degradação de adventício é reduzida por cerca de 500 % em comparação à formação de um produto

com degradação de adventício em um segundo produto compreendendo pelo menos um adventício não complexado durante um período de tempo. Adequadamente, a estabilidade pode ser medida durante cerca de 30 dias, cerca de 45 dias, cerca de 60 dias, cerca de 75 dias ou cerca de 90 dias. Adequadamente, a formação do produto com degradação de adventício é reduzida por cerca de 200 % ou por cerca de 250 % ou cerca de 300 % ou cerca de 400 %.

Em uma outra modalidade adicional, a presente invenção também fornece um método para reduzir a degradação de um adventício em um produto em resposta à exposição de luz, o método compreendendo: adicionar um adventício complexado com ciclodextrina ao produto, o método reduzindo vantajosamente a degradação do adventício em relação ao mesmo método usando o mesmo produto e o mesmo adventício, exceto que o adventício não é complexado. A degradação pode ser medida, por exemplo, pela formação de produtos com degradação de adventício. A formação de produtos com degradação de adventício pode ser medida determinando-se a razão de adventício para produtos com degradação de adventício em diferentes pontos no tempo. A formação também pode ser medida calculando-se a porcentagem de produto com degradação de adventício presente no produto. A formação também pode ser medida determinando-se a área sob a curva da porção correspondente de um cromatograma a gás quando as amostras são analisadas usando uma análise de cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas.

Em uma outra modalidade adicional, a presente invenção fornece um método para reduzir uma diminuição em concentração em um adventício em um produto com o passar do tempo, o método compreendendo: adicionar um adventício complexado com ciclodextrina ao produto, o método reduzindo vantajosamente a diminuição em concentração no adventício no produto com o passar do tempo em relação ao mesmo método usando o mesmo produto e o mesmo adventício, exceto que o adventício não é complexado. A diminuição em concentração pode ser determinada calculando-se a porcentagem de adventício no produto em diferentes pontos no tempo. Por exemplo, na Fig. 18, que compara a intensidade de flavor total e o desenvolvimento de desvio de nota de um sistema protegido (direita) e desprotegido (esquerda); os valores reais, em contagens de área bruta para intensidade de flavor são: 5.674.300.000 para um sistema protegido e 3.662.300.000 para um sistema desprotegido ou intensidade 155 % maior no sistema protegido em comparação ao sistema desprotegido em 42 dias. Além disso, os valores para a formação de desvio de nota são: 108.161.000 no sistema protegido em comparação a 1.424.300.000 conforme observado no sistema desprotegido, que iguala a 13,2 X o nível de desvio de notas formado no sistema desprotegido. O comportamento do sistema é descrito algebricamente nas EQUAÇÕES 5, 6 e 7.

Em uma outra modalidade, a presente invenção fornece um método para aperfeiçoar a estabilidade do flavor de um produto quando exposto à luz, o método compreenden-

do adicionar um adventício complexado com ciclodextrina ao produto, o método aperfeiçoando a estabilidade do flavor do produto quando exposto à luz durante um período de tempo em relação ao mesmo método usando o mesmo produto e o mesmo adventício, exceto que o adventício não é complexado. A estabilidade do flavor pode ser calculada, por exemplo, medindo-se a formação de produtos com degradação de adventício com o passar do tempo ou medindo-se a concentração do adventício no produto com o passar do tempo.

Em uma modalidade adicional, a invenção fornece um produto compreendendo um ácido graxo poliinsaturado e uma ciclodextrina em que o ácido graxo poliinsaturado é complexado com a ciclodextrina.

Cada um dos métodos apresentados acima pode ainda compreender misturar ciclodextrina e um emulsificador e/ou misturar um solvente e um adventício para formar o adventício complexado com ciclodextrina. Alternativamente, ciclodextrina, um emulsificador e um espessante podem ser misturados para formar o adventício complexado com ciclodextrina. Em algumas modalidades, a ciclodextrina, o emulsificador e o espessante podem ser misturados a seco. Em uma outra modalidade, ciclodextrina, um emulsificador e um espessante podem ser misturados para formar uma primeira mistura, a primeira mistura é mesclada com um solvente para formar uma segunda mistura e a segunda mistura é mesclada com o adventício para formar a ciclodextrina complexada com adventício. Em uma outra modalidade, ciclodextrina, um emulsificador e um espessante podem ser misturados (por exemplo, por mistura a seco) e misturados com um adventício (ou um solvente e um adventício), em que uma porcentagem em peso de emulsificador para ciclodextrina é pelo menos de cerca de 0,5 % em peso e uma porcentagem em peso de espessante para ciclodextrina é pelo menos de cerca de 0,01 % em peso. Em algumas modalidades, ciclodextrina não complexada é adicionada em excesso molar para fornecer um efeito estabilizante adicional. Os métodos são particularmente adequados para produtos compreendendo bebidas.

Conforme usado neste relatório e nas reivindicações anexas, o termo “ciclodextrina” pode se referir a uma molécula de ciclodextrina que é formada por conversão de enzima de amido. Enzimas específicas, como por exemplo, várias formas de cicloglicosiltransferase (CGTase), podem degradar as estruturas helicoidais que ocorrem no amido para formar moléculas de ciclodextrina específicas tendo anéis de poliglicose tridimensionais com, por exemplo, 6, 7, ou 8 moléculas de glicose. Por exemplo, α -CGTase pode converter amido em α -ciclodextrina tendo 6 unidades de glicose, β -CGTase pode converter amido em β -ciclodextrina tendo 7 unidades de glicose, e γ -CGTase pode converter amido em γ -ciclodextrina tendo 8 unidades de glicose. Ciclodextrinas incluem, porém não são limitadas a pelo menos uma entre α -ciclodextrina, β -ciclodextrina, γ -ciclodextrina, e combinações das mesmas, não é conhecido que β -ciclodextrina tenha quaisquer efeitos tóxicos, é World-Wide GRAS (isto é, Geralmente Considerado Como Seguro) e natural, e é aprovada pela FDA, α -

ciclodextrina e γ -ciclodextrina também são consideradas como produtos naturais e são U.S. e E.U. GRAS.

Adequadamente, a ciclodextrina pode ser derivatizada. Ciclodextrinas derivatizadas adequadas incluem ciclodextrinas hidroxialquiladas, tais como 2-hidroxipropil- β -ciclodextrina, 3-hidroxipropil- β -ciclodextrina, 2,3-diidroxipropil- β -ciclodextrina, e hidroxietil- β -ciclodextrina, e ciclodextrinas metiladas, tais como metil- β -ciclodextrina.

Conforme usado neste relatório e nas reivindicações anexas, um “controle” é o mesmo produto com o mesmo adjuvante, porém sem uma ciclodextrina.

A estrutura cíclica tridimensional (isto é, estrutura macrocíclica) de uma molécula de ciclodextrina 10 é esquematicamente mostrada na FIG. 1. A molécula de ciclodextrina 10 inclui uma porção externa 12, que inclui grupos hidroxila primários e secundários, e que é hidrofílica. A molécula de ciclodextrina 10 também inclui uma cavidade tridimensional 14, que inclui átomos de carbono, átomos de hidrogênio e ligações éter, e que é hidrofóbica. A cavidade hidrofóbica 14 da molécula de ciclodextrina pode agir como um hospedeiro e manter uma variedade de moléculas, ou adjuvantes 16, que incluem uma porção hidrofóbica para formar um complexo de inclusão de ciclodextrina.

Conforme usado neste relatório e nas reivindicações anexas, o termo “adjuvante” pode se referir a qualquer molécula da qual pelo menos uma porção pode ser mantida ou capturada dentro da cavidade tridimensional presente na molécula de ciclodextrina, incluindo, sem limitação, pelo menos um entre um flavor, um aromatizante, um agente farmacêutico, um agente nutracêutico (por exemplo, creatina ou vitaminas A, C ou E) um agente corante, e combinações dos mesmos.

Exemplos de sabores podem incluir, sem limitação, sabores com base em aldeídos, cetonas ou álcoois. Exemplos de sabores aldeídicos podem incluir, sem limitação, pelo menos um entre: acetaldeído (maça); benzaldeído (cereja, amêndoa); aldeído anísico (alcaçuz, anis); aldeído cinâmico (canela); citral (por exemplo, geranial, alfa-citral (limão, lima) e neral, beta-citral (limão, lima)); decanal (laranja, limão); etilvanilina (baunilha, creme); heliotropina, isto é, piperonal (baunilha, creme); vanilina (baunilha, creme); a-amilcinamaldeído (sabores de frutas picantes); butiraldeído (manteiga, queijo); valeraldeído (manteiga, queijo); citronelal (modifica, muitos tipos); decenal (frutas cítricas); aldeído C-8 (frutas cítricas); aldeído C-9 (frutas cítricas); aldeído C-12 (frutas cítricas); 2-etilbutiraldeído (frutos em bagos); hexenal, isto é, trans-2 (frutos em bagos); tolilaldeído (cereja, amêndoa); veratraldeído (baunilha); 2,6-dimetil-5-heptenal, isto é, Melonal™ (melão); 2,6-dimetiloctanal (fruta verde); 2-dodecenal (cítricos, tangerina); e combinações dos mesmos.

Exemplos de sabores cetônicos podem incluir, sem limitação, pelo menos um entre: d-carvona (alcaravia); 1-carvona (hortelã); diacetila (manteiga, queijo, “nata”); benzofenona (sabores de frutas e picantes, baunilha); metiletilcetona (frutos em bagos); maltol (frutos em

bagos) mentona (hortelãs), metilamilcetona, etilbutilcetona, dipropilcetona, metilexilcetona, etilamilcetona (frutos em bagos, frutas de caroço); ácido pirúvico (defumado, sabores de nozes); acetanisol (espinheiro heliotrópio); diidrocarvona (hortelã); 2,4-dimetilacetofenona (hortelã-pimenta); 1,3-difenil-2-propanona (amêndoa); acetocumeno (íris e manjerição, picante); isojasmona (jasmim); d-isometilionona (semelhante à íris, violeta); acetoacetato de isobutila (semelhante a conhaque); zingerona (gengibre); pulegona (hortelã-pimenta e cânfora); d-piperitona (sabor de menta); 2-nonanona (rosa e semelhante a chá); e combinações dos mesmos.

Exemplos de sabores do tipo álcool podem incluir, sem limitação, pelo menos um entre álcool anísico ou álcool p-metoxibenzílico (semelhante à fruta, pêssego); álcool benzílico (semelhante à fruta); carvacrol ou 2-p-cimenol (odor ardente acre); carveol; álcool cinâmico (odor floral); citronelol (semelhante à rosa); decanol; diidrocarveol (picante, apimentado); tetraidrogeraniol ou 3,7-dimetil-1-octanol (odor de rosas); eugenol (cravo); p-menta-1,8-dien-7-Ol ou álcool perílico (pinho floral); alfa-terpineol; menta-1,5-dien-8-ol 1; menta-1,5-dien-8-ol 2; p-cimen-8-ol; e combinações dos mesmos.

Exemplos de aromatizantes podem incluir, sem limitação, pelo menos um entre fragrâncias naturais, fragrâncias sintéticas, óleos essenciais sintéticos, óleos essenciais naturais, e combinações dos mesmos.

Exemplos das fragrâncias sintéticas podem incluir, sem limitação, pelo menos um entre hidrocarbonetos terpênicos, ésteres, éteres, álcoois, aldeídos, fenóis, cetonas, acetais, oximas, e combinações dos mesmos.

Exemplos de hidrocarbonetos terpênicos podem incluir, sem limitação, pelo menos um entre terpeno de lima, terpeno de limão, dímero de limoneno, e combinações dos mesmos.

Exemplos de ésteres podem incluir, sem limitação, pelo menos um entre γ -undecalactona, glicidato de etilmetilfenila, caproato de alila, salicilato de amila, benzoato de amila, acetato de amila, acetato de benzila, benzoato de benzila, salicilato de benzila, propionato de benzila, acetato de butila, butirato de benzila, fenilacetato de benzila, acetato de cedrila, acetato de citronelila, formiato de citronelila, acetato de p-cresila, acetato de 2-t-pentil-cicloexila, acetato de cicloexila, acetato de cis-3-hexenila, salicilato de cis-3-hexenila, acetato de dimetilbenzila, ftalato de dietila, δ -deca-lactona, ftalato de dibutila, butirato de etila, acetato de etila, benzoato de etila, acetato de fenchila, acetato de geranila, γ -dodecalatona, diidrojasmonato de metila, acetato de isobornila, salicilato de β -isopropoxietila, acetato de linalila, benzoato de metila, acetato de o-t-butilciloexila, salicilato de metila, brassilato de etileno, dodecanoato de etileno, acetato de metilfenila, isobutirato de feniletila, acetato de feniletilfenila, acetato de feniletila, acetato de metilfenilcarbinila, acetato de 3,5,5-trimetilexila, acetato de terpinila, citrato de trietila, acetato de p-t-butilcicloexila, ace-

tato de vetiver, e combinações dos mesmos.

Exemplos de éteres podem incluir, sem limitação, pelo menos um entre éter p-cresilmetílico, éter difenílico, 1,3,4,6,7,8-hexaidro-4,6,7,8,8-hexametilciclopenta- β -2-benzopirano, éter fenilisoamílico, e combinações dos mesmos.

5 Exemplos de álcoois podem incluir, sem limitação, pelo menos um entre álcool n-octílico, álcool n-nonílico, β -feniletildimetilcarbinol, dimetilbenzilcarbinol, carbitoldiidromirce-nol, dimetiloctanol, hexilenogilcollinalool, álcool de folhas, nerol, fenoxietanol, álcool γ -fenil-propílico, álcool β -feniletílico, metilfenilcarbinol, terpineol, tetraidroaloocimenol, tetraidrolina-lol, 9-decen-1-ol, e combinações dos mesmos.

10 Exemplos de aldeídos podem incluir, sem limitação, pelo menos um entre aldeído n-nonílico, aldeído undecilênico, acetaldeído metilnonílico, anisaldeído, benzaldeído, cicla-menaldeído, 2-hexilexanal, aldeído α -hexilcinâmico, acetaldeído fenílico, 4-(4-hidróxi-4-metilpentil)-3-cicloexeno-1-carboxialdeído, aldeído p-t-butil- α -metilidro-cinâmico, hidroxicro-nelal, aldeído α -amilcinâmico, 3,5-dimetil-3-cicloexeno-1-carboxialdeído, e combinações dos
15 mesmos.

Exemplos de fenóis podem incluir, sem limitação, metileugenol.

Exemplos de cetonas podem incluir, sem limitação, pelo menos um entre 1-carvona, α -damascona, ionona, 4-t-pentilcicloexanona, 3-amil-4-acetoxitetraidropirano, men-tona, metilionona, p-t-amicicloexanona, acetilcedreno, e combinações dos mesmos.

20 Exemplos de acetais podem incluir, sem limitação, fenilacetaldedimetilacetal.

Exemplos de oximas podem incluir, sem limitação, 5-metil-3-heptanona oxima.

Um adventício pode incluir ainda, sem limitação, pelo menos um entre ácidos gra-xos, ácidos graxos de triglicerídeos, ácidos graxos poliinsaturados e triglicerídeos dos mes-mos, tocoferóis, lactonas, terpenos, diacetila, sulfeto de dimetila, prolina, furaneol, linalool,
25 acetilpropionila, produtos de cacau, essências naturais (por exemplo, laranja, tomate, maçã, canela, framboesa, etc.), óleos essenciais (por exemplo, laranja, limão, lima, etc.), adoçan-tes (por exemplo, aspartame, neotame, acessulfame-K, sacarina, neoesperidina diidrocalco-na, glicirrizia, e adoçantes derivados de stévia), sabineno, p-cimeno, p,a-dimetilestireno, e combinações dos mesmos.

30 Exemplos de ácidos graxos poliinsaturados (PUFA) podem incluir, sem limitação, C18, C20 e C22, ácidos graxos omega-3, e C18, C20 e C22, ácidos graxos omega-6. Por exemplo, ácidos graxos poliinsaturados adequados incluem ácido docosaexaenóico (DHA), ácido eicosapentaenóico (EPA), ácido eicosatetraenóico (também conhecido como ácido araquidônico (ARA)), ácido gamalinolênico (GLA), ácido estearidônico, ácido oléico, ácido
35 linoléico, e ácidos linolênicos. Também entende-se que, como PUFA's geralmente existem na natureza como mono, di e triglicerídeos, tanto os ácidos livres quanto suas formas liga-das são adequados para o uso na presente invenção.

A FIG. 3 mostra uma ilustração esquemática da formação de um complexo de inclusão de diacetila-ciclodextrina, e a FIG. 5 mostra uma ilustração esquemática da formação de um complexo de inclusão de citral-ciclodextrina.

Conforme usado neste relatório e nas reivindicações anexas, o termo “produto com degradação de adventício” refere-se a compostos que são formados à medida que o adventício se decompõe sob exposição de fatores ambientais, tais como luz e calor. A presença do produto com degradação de adventício indica que a concentração do adventício é reduzida em um produto. Por exemplo, se o adventício é um flavor, o produto perde um pouco de seu flavor e pode desenvolver um desvio de nota. Desvios de notas são agentes de sabor muito mais potentes. Associada com uma perda de intensidade de flavor, a qualidade do produto é rápida e substancialmente reduzida. Se o adventício for uma vitamina ou um produto nutricional, o produto perde alguns dos benefícios daquela vitamina ou produto nutricional.

Conforme usado neste relatório e nas reivindicações anexas, o termo “log (P)” ou “valor de log (P)” é uma propriedade de um material que pode ser encontrado em tabelas de referência padrão, e que refere-se ao coeficiente de octanol do material/partição de água. Geralmente, o valor de log (P) de um material é uma representação de sua hidrofiliicidade/hidrofobicidade. P é definido como a razão da concentração do material em octanol para a concentração do material em água. Consequentemente, o log (P) de um material de interesse será negativo se a concentração do material em água for maior do que a concentração do material em octanol. O valor de log (P) será positivo se a concentração for maior em octanol, e o valor de log (P) será zero se a concentração do material de interesse for a mesma em água como em octanol. Consequentemente, adventícios podem ser caracterizados pelo seu valor de log (P). Para referência, a Tabela 1 mostrada na Figura 27 lista os valores de log (P) para uma variedade de materiais, alguns dos quais podem ser adventícios da presente invenção.

Exemplos de adventícios tendo um valor de log (P) positivo relativamente alto (por exemplo, maior do que cerca de 2) incluem, porém não são limitados a, citral, linalool, alfa terpineol, e combinações dos mesmos. Exemplos de adventícios tendo um valor de log (P) positivo relativamente baixo (por exemplo, menor do que cerca de 1, porém maior do que zero) incluem, porém não são limitados a, sulfeto de dimetila, furaneol, etilmaltol, aspartame, e combinações dos mesmos. Exemplos de adventícios tendo um valor de log (P) negativo relativamente alto (por exemplo, menor do que cerca de -2) incluem, porém não são limitados a, creatina, prolina, e combinações das mesmas. Exemplos de adventícios tendo um valor de log (P) negativo relativamente baixo (por exemplo, menor do que 0, porém maior do que cerca de -2) incluem, porém não são limitados a, diacetila, acetaldeído, maltol, e combinações dos mesmos.

Valores de log (P) são significantes em muitos aspectos da química de alimentos e sabores. Um tabela de valores de log (P) é fornecida acima. Os valores de log (P) de adventícios podem ser importantes em muitos aspectos de um produto final (por exemplo, alimentos e sabores). Geralmente, moléculas adventícias orgânicas tendo um log (P) positivo podem ser encapsuladas com êxito em ciclodextrina. Em uma mistura compreendendo vários adventícios, a competição pode existir, e valores de log (P) podem ser úteis em determinar a probabilidade de os adventícios serem encapsulados com êxito. Maltol e furaneol são exemplos de dois adventícios que têm características de flavor similares (isto é, atributos adocicados), porém que teriam níveis diferentes de sucesso no encapsulamento de ciclodextrina por causa de seus valores de log (P) diferentes. Valores de log (P) podem ser importantes em produtos alimentícios com um alto teor ou meio aquoso. Compostos com valores de log (P) positivos e significantes são, por definição, menos solúveis e, portanto, os primeiros a migrarem, se separarem, e depois serem expostos à mudança na embalagem. O valor de log (P) alto, entretanto, pode torná-los eficazmente desprovidos de impureza e protegidos pela adição de ciclodextrina no produto. Adequadamente, o adventício tem um log (P) de mais do que cerca de 1,0 ou mais do que cerca de 1,50 ou mais do que cerca de 1,75.

Citral (log (P) = 3,45) é um flavor de limão ou cítrico que pode ser usado em várias aplicações, tais como bebidas ácidas. As bebidas ácidas podem incluir, porém não são limitadas à limonada, refrigerante flavorizado com limão e lima 7UP® (marca registrada da Dr Pepper/Seven-Up, Inc.), refrigerante flavorizado com limão e lima SPRITE® (marca registrada da The Coca-Cola Company, Atlanta, GA), refrigerante flavorizado com limão e lima SIERRA MIST® (marca registrada da Pepsico, Purchase, NY), chá (por exemplo, LIPTON® e BRISK®, marcas registradas da Lipton), bebidas alcoólicas, e combinações das mesmas. Alfa terpineol (log (P) = 3,33) é um flavor de lima que pode ser usado em produtos similares como aqueles listados acima com respeito a citral.

Benzaldeído (log (P) = 1,48) é um flavor de cereja que pode ser usado em uma variedade de aplicações, incluindo bebidas ácidas. Um exemplo de uma bebida ácida que pode ser flavorizada com benzaldeído inclui, porém não é limitada ao refrigerante flavorizado com cereja e cola CHERRY COKE® (marca registrada da The Coca-Cola Company, Atlanta, GA).

Vanilina (log (P) = 1,05) é um flavor de baunilha que pode ser usado em uma variedade de aplicações, incluindo, porém não limitadas a bebidas flavorizadas com baunilha, artigos assados, etc., e combinações dos mesmos.

Aspartame (log (P) = 0,07) é um adoçante sem sacarose que pode ser usado em diversos alimentos e bebidas dietéticos, incluindo, porém não limitados a refrigerantes dietéticos. Neotame também é um adoçante sem sacarose que pode ser usado em alimentos e bebidas dietéticos.

Acetaldeído ($\log (P) = -0,17$) é um flavor de maçã que pode ser usado em uma variedade de aplicações, incluindo, porém não limitadas a alimentos, bebidas, doces, etc., e combinações dos mesmos.

5 Creatina ($\log (P) = -3,72$) é um agente nutracêutico que pode ser usado em uma variedade de aplicações, incluindo, porém não limitadas às formulações nutracêuticas. Exemplos de formulações nutracêuticas incluem, porém não são limitadas às formulações em pó que podem ser combinadas com leite, água ou um outro líquido, e combinações dos mesmos.

10 Conforme mencionado acima, a ciclodextrina usada com a presente invenção pode incluir α -ciclodextrina, β -ciclodextrina, γ -ciclodextrina, e combinações das mesmas. Em modalidades em que um adventício mais hidrofílico (isto é, tendo um valor de $\log (P)$ menor) é usado, α -ciclodextrina pode ser usada (isto é, sozinha ou em combinação com um outro tipo de ciclodextrina) para aperfeiçoar o encapsulamento do adventício em ciclodextrina. Por exemplo, uma combinação de α -ciclodextrina e β -ciclodextrina pode ser usada em modalidades utilizando adventícios relativamente hidrofílicos para aperfeiçoar a formação de um
15 complexo de inclusão de ciclodextrina.

Conforme usado neste relatório e nas reivindicações anexas, o termo “complexo de inclusão de ciclodextrina” refere-se a um complexo que é formado pelo encapsulamento de pelo menos uma porção de uma ou mais moléculas adventícias com uma ou mais moléculas
20 de ciclodextrina (encapsulamento em um nível molecular) através da captura e manutenção de uma molécula adventícia dentro da cavidade tridimensional. O adventício pode ser mantido em posição por forças de van der Waal dentro da cavidade por pelo menos uma entre ligação de hidrogênio e interações hidrofílicas-hidrofóbicas. O adventício pode ser liberado da cavidade quando o complexo de inclusão de ciclodextrina é dissolvido em água. Os complexos de inclusão de ciclodextrina também são referidos neste relatório como “complexos de adventício-ciclodextrina”. Devido ao fato de a cavidade da ciclodextrina ser hidrofóbica em relação ao seu exterior, adventícios tendo valores de $\log (P)$ positivos (particularmente, valores de $\log (P)$ positivos relativamente altos) encapsularão facilmente em ciclodextrina e
25 formarão complexos de inclusão de ciclodextrina estáveis em um meio aquoso, pois o adventício termodinamicamente irá preferir a cavidade da ciclodextrina ao meio aquoso. Em algumas modalidades, quando é desejado complexar mais do que um adventício, cada adventício pode ser encapsulado separadamente para maximizar a eficiência de encapsulamento do adventício de interesse.

35 Conforme usado neste relatório e nas reivindicações anexas, o termo “ciclodextrina não complexada” geralmente refere-se à ciclodextrina que é substancialmente livre de um adventício e não tem formado um complexo de inclusão de ciclodextrina. A ciclodextrina que é “substancialmente livre de um adventício” geralmente refere-se a uma fonte de ciclodextrina.

na que inclui uma fração ampla de ciclodextrina que não inclui um adventício em sua cavidade.

Conforme usado neste relatório e nas reivindicações anexas, o termo “hidrocolóide” geralmente refere-se a uma substância que forma um gel com água. Um hidrocolóide pode incluir, sem limitação, pelo menos um entre goma xantana, pectina, goma arábica (ou goma acácia), tragacanto, guar, carragenina, alfarroba, e combinações dos mesmos.

Conforme usado neste relatório e nas reivindicações anexas, o termo “pectina” refere-se a um polissacarídeo hidrocoloidal que pode ocorrer em tecidos vegetais (por exemplo, em frutos e vegetais maduros). A pectina pode incluir, sem limitação, pelo menos uma entre pectina de beterraba, pectina de frutos (por exemplo, de cascas de cítricos), e combinações das mesmas. A pectina utilizada pode ter peso molecular variado.

Complexos de inclusão de ciclodextrina da presente invenção podem ser usados em uma variedade de aplicações ou produtos finais, incluindo, sem limitação, pelo menos um entre alimentos (por exemplo, bebidas, tais como bebidas carbonatadas, bebidas cítricas, limonada, sucos, refrigerantes, bebidas esportivas, bebidas fortificadas com vitaminas etc., molho para saladas, pipoca, cereais, molho de maçã, café, biscoitos, bolinhos, gelatinas, outras sobremesas, outros artigos assados, temperos, etc.), gomas de mascar, dentifrícios, tais como pastas de dentes e soluções para enxágue bucal, doces, aromatizantes, fragrâncias, produtos farmacêuticos (por exemplo, preparações de xaropes contra tosse, etc.), produtos nutracêuticos, cosméticos, aplicações agrícolas (por exemplo, herbicidas, pesticidas, etc.), emulsões fotográficas, e combinações dos mesmos. Em algumas modalidades, os complexos de inclusão de ciclodextrina podem ser usados como matrizes de isolamento intermediárias para serem ainda processados, isolados e secos (por exemplo, conforme usado com correntes de resíduos).

Complexos de inclusão de ciclodextrina podem ser usados para realçar a estabilidade do adventício, convertê-lo em um pó de escoamento livre, ou de outro modo modificar sua solubilidade, liberação ou desempenho. A quantidade da molécula adventícia que pode ser encapsulada está diretamente relacionada ao peso molecular da molécula adventícia. Em algumas modalidades, um mol de ciclodextrina encapsula um mol de adventício. De acordo com esta razão molar, e apenas por via de exemplo, em modalidades utilizando diacetila (peso molecular de 86 Dáltons) como o adventício, e β -ciclodextrina (peso molecular de 1135 Dáltons), a retenção teórica máxima é $(86/(86+1135)) \times 100 = 7,04 \%$ em peso.

Em algumas modalidades, a ciclodextrina pode se autorreunir em solução para formar uma nanoestrutura, tal como a nanoestrutura 20 ilustrada na FIG. 2, que pode incorporar três mols de uma molécula adventícia para dois mols de moléculas de ciclodextrina. Por exemplo, em modalidades utilizando diacetila como o adventício, uma retenção de 10,21 % em peso de diacetila é possível, e em modalidades utilizando citral como o adventício, uma

retenção de % em peso de citral de pelo menos 10 % em peso é possível (por exemplo, retenção de 10 a 14 % em peso). A FIG. 4 mostra uma ilustração esquemática de uma nanoestrutura que pode formar entre três mols de moléculas de diacetila e dois mols de moléculas de ciclodextrina. A FIG. 6 mostra uma ilustração esquemática de uma nanoestrutura que pode formar entre três mols de moléculas de citral e dois mols de moléculas de ciclodextrina. Outros agentes realçadores de complexo, tais como pectina, podem auxiliar no processo de autorreunião, e podem manter a razão molar de 3:2 de adventício:ciclodextrina por toda a etapa de secagem. Em algumas modalidades, por causa da autorreunião de moléculas de ciclodextrina em nanoestruturas, uma razão molar de 5:3 de adventício:ciclodextrina é possível.

Complexos de inclusão de ciclodextrina se formam em solução. O processo de secagem trava temporariamente pelo menos uma porção do adventício na cavidade da ciclodextrina e pode produzir um pó seco de livre escoamento, compreendendo o complexo de inclusão de ciclodextrina.

A natureza hidrofóbica (insolúvel em água) da cavidade da ciclodextrina, de preferência, prenderá como adventícios (hidrofóbicos) mais facilmente à custa de mais adventícios solúveis em água (hidrofílicos). Este fenômeno pode resultar em um desequilíbrio de componentes, em comparação à secagem por pulverização típica, e um rendimento global insatisfatório.

Em algumas modalidades da presente invenção, a competição entre efeitos hidrofílicos e hidrofóbicos é evitada selecionando-se ingredientes importantes para encapsular separadamente. Por exemplo, no caso de sabores de manteiga, ácidos graxos e lactonas formam complexos de inclusão de ciclodextrina mais facilmente do que diacetila. Entretanto, estes compostos não são os compostos de impacto de caráter importante associado à manteiga, e eles reduzirão o rendimento global de diacetila e outros ingredientes solúveis em água e voláteis. Em algumas modalidades, o ingrediente importante no sabor da manteiga (isto é, diacetila) é maximizado para produzir um produto de alto impacto, mais estável e mais econômico. Por via de exemplo adicional, no caso de sabores de limão, a maioria dos componentes de sabor de limão encapsulará igualmente bem em ciclodextrina. Entretanto, terpenos (um componente do sabor de limão) têm pouco valor de sabor, e ainda constituem aproximadamente 90 % de uma mistura de sabor de limão, ao passo que citral é um ingrediente de sabor importante para o sabor de limão. Em algumas modalidades, citral é encapsulado sozinho. Selecionando-se ingredientes importantes (por exemplo, diacetila, citral, etc.) para encapsular separadamente, a complexidade do material de partida é reduzida, permitindo a otimização das etapas de engenharia e economia do processo.

Em algumas modalidades, o processo de inclusão para formar o complexo de inclusão de ciclodextrina é direcionado para a conclusão adicionando-se um excesso molar do

adventício. Por exemplo, em algumas modalidades (por exemplo, quando o adventício usado é diacetila), o adventício pode ser combinado com a ciclodextrina em uma razão molar de 3:1 de adventício:ciclodextrina. Em algumas modalidades, a utilização de um excesso molar de adventício na formação do complexo não apenas direciona a formação do complexo de inclusão de ciclodextrina, porém também pode se constituir por qualquer perda de adventício no processo, por exemplo, em modalidades utilizando um adventício volátil.

Em algumas modalidades, a viscosidade da suspensão, emulsão ou mistura formada misturando-se a ciclodextrina e moléculas adventícias em um solvente é controlada, e a compatibilidade com a tecnologia de secagem por pulverização comum é mantida sem outros ajustes, tal como aumentando o teor de sólidos. Um emulsificador (por exemplo, um espessante, agente de gelação, polissacarídeo, hidrocolóide, gomas, tais como xantana, e ácidos poliglicorônicos e seus derivados) pode ser adicionado para manter contato íntimo entre a ciclodextrina e o adventício, e para auxiliar no processo de inclusão. Particularmente, hidrocolóides de peso molecular baixo podem ser usados. Um hidrocolóide preferido é pectina, especialmente pectina de beterraba. Emulsificadores podem auxiliar no processo de inclusão sem exigir o uso de alto calor ou cossolventes (por exemplo, etanol, acetona, isopropanol, etc.) para aumentar a solubilidade.

Em algumas modalidades, o teor de água da suspensão, emulsão ou mistura é reduzido para essencialmente forçar o adventício a se comportar como um composto hidrofóbico. Este processo pode aumentar a retenção de adventícios mesmo relativamente hidrofílicos, tais como acetaldeído, diacetila, sulfeto de dimetila, etc. A redução do teor de água também pode maximizar a produção através do secador por pulverização e reduzir a oportunidade de os adventícios voláteis escaparem no processo, o que pode reduzir o rendimento global.

Em algumas modalidades da presente invenção, um complexo de inclusão de ciclodextrina pode ser formado pelo processo seguinte, que pode incluir algumas ou todas as etapas seguintes:

- (1) Misturar a seco a ciclodextrina e um emulsificador (por exemplo, pectina);
- (2) Combinar a mistura seca de ciclodextrina e emulsificador com um solvente tal como água, em um reator, e agitar;
- (3) Adicionar o adventício e agitar (por exemplo, durante aproximadamente 5 a 8 horas);
- (4) Resfriar o reator (por exemplo, ligando em uma camisa de resfriamento);
- (5) Agitar a mistura (por exemplo, durante aproximadamente 12 a 36 horas);
- (6) Emulsificar (por exemplo, com um misturador de alta velocidade em tanque ou misturador com queda de alto cisalhamento); e
- (7) Secar o complexo de inclusão de ciclodextrina para formar um pó.

Estas etapas não precisam ser necessariamente realizadas na ordem listada. Além disso, o processo acima demonstrou ser muito robusto pelo fato de que o processo pode ser realizado usando variações na temperatura, tempo de mistura, e outros parâmetros do processo.

5 Em algumas modalidades, a etapa 1 no processo descrito acima pode ser realizada usando um misturador em tanque no reator, ao qual a água quente será adicionada na etapa 2. Por exemplo, em algumas modalidades, o processo acima é realizado usando um reator de 3785 litros (1000 galões) equipado com uma camisa para o controle de temperatura e um misturador de alto cisalhamento em linha, e o reator é diretamente conectado a um se-
10 cador por pulverização. Em algumas modalidades, a ciclodextrina e o emulsificador podem ser misturados a seco em um aparelho separado (por exemplo, um misturador de cinta, etc.) e depois adicionados ao reator no qual o restante do processo acima é concluído.

Uma variedade de porcentagens em peso de um emulsificador para ciclodextrina pode ser usada, incluindo, sem limitação, uma porcentagem em peso de emulsifica-
15 dor:ciclodextrina de pelo menos cerca de 0,5 %, particularmente, pelo menos cerca de 1 %, e mais particularmente, pelo menos cerca de 2 %. Além disso, uma porcentagem em peso de emulsificador:ciclodextrina de menos do que cerca de 10 % pode ser usada, particularmente, menos do que cerca de 6 %, e mais particularmente, menos do que cerca de 4 %.

A etapa 2 no processo descrito acima pode ser realizada em um reator que é en-
20 camisado para aquecer, resfriar, ou ambos. Em algumas modalidades, a combinação e agitação podem ser realizadas na temperatura ambiente. Em algumas modalidades, a combinação e agitação podem ser realizadas em uma temperatura maior do que a temperatura ambiente. O tamanho do reator pode ser dependente do volume de produção. Por exemplo, um reator de 378,5 litros (100 galões) pode ser usado. O reator pode incluir um agitador de
25 pás e uma unidade condensadora. Em algumas modalidades, a etapa 1 é concluída no reator, e na etapa 2, água desionizada quente é adicionada à mistura seca de ciclodextrina e pectina no mesmo reator.

A etapa 3 pode ser realizada em um reator vedado, ou o reator pode ser temporariamente exposto ao meio enquanto o adjuvante é adicionado, e o reator pode ser vedado
30 novamente depois da adição do adjuvante. Calor pode ser adicionado quando o adjuvante é adicionado e durante a agitação da etapa 3. Por exemplo, em algumas modalidades, a mistura é aquecida a cerca de 55 a 60 graus C.

A etapa 4 pode ser realizada usando um sistema refrigerante que inclui uma camisa de resfriamento. Por exemplo, o reator pode ser esfriado com um refrigerante de propileno-
35 glicol e uma camisa de resfriamento.

A agitação na etapa 2, a agitação na etapa 3, e a agitação na etapa 5 podem ser realizadas por pelo menos um entre procedimentos de sacudir, agitar, girar, e combinações

dos mesmos.

Na etapa 6, a mistura de ciclodextrina, emulsificador, água e adventício pode ser emulsificada usando pelo menos um entre um misturador de alto cisalhamento (por exemplo, um misturador da marca ROSS (por exemplo, a 10.000 rpm durante 90 segundos), ou um misturador da marca SILVERSTON (por exemplo, a 10.000 rpm durante 5 minutos)), um misturador de alta velocidade, ou mistura simples seguido por transferência para uma bomba de homogeneização que é parte de um secador por pulverização, e combinações dos mesmos.

A etapa 7 no processo descrito acima pode ser realizada por pelo menos um entre secagem ao ar, secagem a vácuo, secagem por pulverização (por exemplo, com um secador por pulverização com bico, um secador por pulverização com disco rotativo, etc.), secagem em forno, e combinações dos mesmos.

Em algumas modalidades, o processo de complexação pode utilizar um método pastoso e a mistura pode ser seca conforme descrito acima. Em outras modalidades, a mistura pode ser apropriadamente diluída para a secagem por pulverização. Métodos diferentes para aperfeiçoar a fabricabilidade e estabilidade de um complexo de inclusão de ciclodextrina, incluindo a formação de uma forma líquida ou emulsão compreendendo o complexo de inclusão de ciclodextrina, são a matéria objeto dos pedidos copendentes, PCT/US2006/012529 e PCT/US2006/012528, os conteúdos integrais dos quais são incorporados neste relatório como referência.

Conforme mencionado acima, o encapsulamento da molécula adventícia pode fornecer o isolamento da molécula adventícia a partir da interação e reação com outros componentes que causariam a formação de desvio de nota; e estabilização da molécula adventícia contra degradação (por exemplo, hidrólise, oxidação, etc.). A estabilização do adventício contra degradação pode aperfeiçoar ou realçar o efeito ou função desejada (por exemplo, sabor, odor, etc.) de um produto comercial resultante que inclui o adventício encapsulado.

Muitos adventícios podem se degradar e criar desvio de notas que pode diminuir um efeito ou função principal ou desejada. Por exemplo, muitos sabores ou aromatizantes podem se degradar e criar sabores ou odores com desvio de nota que pode diminuir o flavor ou odor desejado de um produto comercial. Adventícios também podem ser degradados por meio de foto-oxidação. Por via de exemplo, a FIG. 7 mostra o mecanismo de degradação de citral. A taxa de degradação do adventício (isto é, a taxa de formação de desvio de nota(s)) é geralmente determinada pela equação da taxa cinética genérica seguinte:

$$Taxa \approx \frac{[desviodenota]^x}{[adventicio]^x \cdot [RC]^y}$$

onde [adventício] refere-se à concentração molar do adventício em uma solução,

[RC] refere-se à concentração molar de um composto reativo em uma solução responsável por reagir com e degradar o adventício (por exemplo, um ácido), e [desvio de nota] refere-se à concentração molar de desvio de notas formado. As potências x, y e z representam ordem cinética, dependendo da reação que ocorre entre um adventício de interesse e o(s) composto(s) reativo(s) correspondente(s) presente(s) na solução para produzir desvio de notas. Assim, a taxa de degradação do adventício é proporcional ao produto das concentrações molares do adventício e quaisquer compostos reativos, elevada à uma potência determinada pela ordem cinética da reação.

Por exemplo, a equação seguinte representa a degradação de citral em uma solução ácida para formar desvio de notas em quaisquer temperatura e concentração fornecidas:

$$\frac{[\text{desviode nota}]^z}{[\text{citral}]^x \times [H^+]^y} = \kappa$$

onde, com base no mecanismo de degradação de citral mostrado na FIG. 7,

$$[\text{desviode nota}] = \sum \kappa [p - \text{mentadien} - 8 - \text{ol}]^{RP_1} + \kappa [p - \text{cimen} - 8 - \text{ol}]^{RP_2} + \dots + \kappa [p - \text{metilacetofenona}]^{RP_n}$$

Qualquer um dos adventícios acima mencionados pode ser protegido e estabilizado desta maneira. Por exemplo, ciclodextrina pode ser usada para proteger e/ou estabilizar uma variedade de moléculas adventícias para realçar o efeito ou função desejada de um produto, incluindo, porém não limitada às moléculas adventícias seguintes: citral, benzaldeído, alfa terpineol, vanilina, aspartame, neotame, acetaldeído, creatina, e combinações dos mesmos. Um exemplo deste fenômeno é descrito no Exemplo 21 e mostrado na Tabela 2 e FIGS. 12 a 15. Especificamente, este fenômeno foi demonstrado comparando-se as amostras 1BH3, 1BH4, e 1BH5, todas com citral adicionado; e amostras 3FH3, 3FH4 e 3FH5, todas com alecrim solúvel em água (WSR) com as amostras de BCD. Menta-1,5-dien-8-ol foi convertido em p-cimeno-8-ol nas amostras 1BH e 3FH, e observou-se que a concentração de menta-1,5-dien-8-ol, por exemplo, diminuiu, e a concentração de p-cimeno-8-ol aumentou. Entretanto, estas reações ou mudanças não ocorreram nas amostras de BCD protegidas.

Um “sistema estabilizante de adventício” pode se referir a qualquer sistema que estabiliza um adventício (ou adventícios) de interesse e protege o adventício da degradação. A presente invenção inclui várias modalidades de sistemas estabilizantes de adventício, conforme será descrito em mais detalhe abaixo.

A proteção e/ou estabilização de um adventício pode ser realizada fornecendo-se um excesso de ciclodextrina (por exemplo, ciclodextrina não complexada) ao produto em pó final do complexo de inclusão de ciclodextrina. Em outras palavras, a ciclodextrina não complexada da mistura a seco com o pó seco que é formado na etapa 7 do processo descrito

acima pode produzir um pó seco de livre escoamento (referido neste relatório como “mistura de adventício-ciclodextrina/ciclodextrina”) com uma quantidade desejada de adventício e ciclodextrina (isto é, incluindo o excesso de ciclodextrina não complexada) que pode ser usada em uma variedade de aplicações ou produtos comerciais. A proporção de um complexo de adventício-ciclodextrina em um mistura de adventício-ciclodextrina/ciclodextrina depende da potência do adventício (por exemplo, valor do flavor se o adventício for um flavor), e o efeito desejado no produto final. O excesso de ciclodextrina não complexada na mistura de adventício-ciclodextrina/ciclodextrina age para proteger e/ou estabilizar o adventício (incluindo da foto-oxidação) quando a mistura de adventício-ciclodextrina/ciclodextrina é adicionada ou usada em um produto de interesse. Por exemplo, um pó de flavor incluindo uma mistura de adventício-ciclodextrina/ciclodextrina pode ser eficaz na diminuição da taxa de degradação do flavor nas aplicações em bebidas enquanto fornece um perfil de flavor apropriado àquela bebida.

Uma variedade de sistemas pode ser utilizada para adicionar excesso de ciclodextrina não complexada para proteção e/ou estabilização do adventício. Em algumas modalidades, a mistura de adventício-ciclodextrina/ciclodextrina é adicionada como um pó seco a um produto final (por exemplo, em uma porcentagem em peso que varia de cerca de 0,05 % em peso a cerca de 0,50 % em peso de mistura de adventício-ciclodextrina/ciclodextrina para o produto, particularmente, de cerca de 0,15 % em peso a cerca de 0,30 % em peso, e mais particularmente, cerca de 0,2 % em peso).

Em algumas modalidades, se a solubilidade do pó permitir, a mistura de adventício-ciclodextrina/ciclodextrina é adicionada a um produto líquido, emulsão ou produto compatível com a emulsão (por exemplo, uma emulsão de flavor), que depois é adicionada ao produto final (por exemplo, em uma porcentagem em peso que varia de cerca de 0,05 % em peso a cerca de 0,50 % em peso de mistura de adventício-ciclodextrina/ciclodextrina para o produto, particularmente, de cerca de 0,15 % em peso a cerca de 0,30 % em peso, e mais particularmente, cerca de 0,2 % em peso, tal que a porcentagem em peso do adventício alcança um nível de flavor desejado no produto final. Em algumas modalidades, o excesso de ciclodextrina não complexada pode ser adicionado à composição compreendendo o complexo de inclusão de ciclodextrina que é formado na etapa 6, desse modo saltando a etapa 7 (a etapa de secagem) e formando uma emulsão estável ou produto compatível com a emulsão que pode ser adicionado ao produto final na faixa de porcentagens em peso listadas acima. O produto compatível com a emulsão pode ser adicionado a um outro produto final (por exemplo, uma bebida, um molho para saladas, uma sobremesa, e/ou um tempero, etc.). Em algumas modalidades, o produto compatível com a emulsão pode ser fornecido na forma de, ou adicionado a um xarope ou uma mistura para revestimento, que pode ser pulverizada em um substrato como um revestimento estável (por exemplo, uma emulsão de

flavor pulverizada em cereais, uma sobremesa, um tempero, barras nutricionais, e/ou salgadinhos tais como pretzels, batatinhas fritas, etc.).

O fornecimento do complexo de inclusão de ciclodextrina em uma forma líquida pode, porém não necessariamente, ter muitas vantagens. Primeiro, a forma líquida pode ser mais familiar e de fácil utilização para compradores de bebidas que estão acostumados a adicionar composições de flavor a suas bebidas na forma de um concentrado líquido. Segundo, a forma líquida pode ser facilmente pulverizada em produtos alimentícios secos, incluindo aqueles listados acima, para obter um revestimento igualmente distribuído e estável que inclui a composição de flavor. Ao contrário das aplicações com pulverização existentes, a composição de flavor pulverizada compreendendo o complexo de inclusão de ciclodextrina não exigiria os solventes voláteis típicos ou revestimentos adicionais ou camadas protetoras para manter a composição de flavor naquele substrato seco. Terceiro, a ciclodextrina pode estender o prazo de validade de tais produtos alimentícios, pois a ciclodextrina não é higroscópica, e assim não levará à deterioração, insipidez, ou frescor reduzido do produto alimentício ou bebida base. Quarto, os processos de secagem podem ser caros, e alguns aditivos (por exemplo, aditivo livre ou aditivo presente em um complexo de inclusão de ciclodextrina) podem ser perdidos durante a secagem, o que pode tornar economicamente difícil a otimização e realização da etapa de secagem. Por estas razões e outras que não são especificamente mencionadas neste relatório, o fornecimento do complexo de inclusão de ciclodextrina em uma forma líquida em algumas modalidades pode ser benéfico. A forma de emulsão do complexo de inclusão de ciclodextrina pode ser adicionada a um produto final (por exemplo, uma bebida ou produto alimentício) para comunicar o perfil do aditivo apropriado (por exemplo, perfil do flavor) ao produto final, enquanto garante que a ciclodextrina no produto final está dentro dos limites legais para aquele produto fornecido (por exemplo, não mais do que 0,2 % em peso de alguns produtos, ou não mais do que 2 % em peso de alguns produtos).

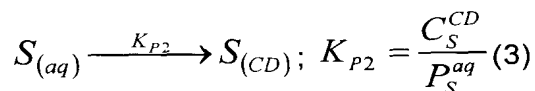
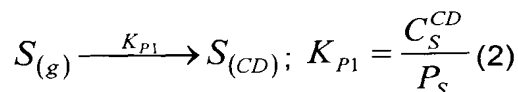
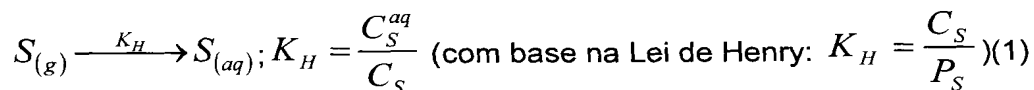
Devido ao fato da existência de um equilíbrio que é estabelecido entre o encapsulamento do aditivo com a ciclodextrina e moléculas aditivas livres (ou não complexadas) e moléculas de ciclodextrina, adicionar excesso de ciclodextrina não complexada a um sistema pode forçar o equilíbrio para o encapsulamento do aditivo. Conforme descrito acima, a diminuição da quantidade de aditivo livre em um sistema diminui a taxa de degradação do aditivo e a taxa de formação de desvio de notas. Além disso, especialmente em bebidas ou outras aplicações líquidas, o aditivo pode preferir, termodinâmica e/ou cineticamente, ser encapsulado em ciclodextrina do que não encapsulado. Este fenômeno pode ser exagerado adicionando-se excesso de ciclodextrina não complexada. Também é possível que a quantidade pequena de moléculas com desvio de nota que são formadas, se alguma, possa se tornar encapsulada em ciclodextrina, e essencialmente “mascarada” do

produto final. Em outras palavras, em algumas modalidades, por causa da constituição química do desvio de notas, o desvio de notas pode se ligar estavelmente com ciclodextrina, que pode levar a um efeito de mascaramento de qualquer desvio de notas que possa ser formado. Assim, em algumas modalidades, o excesso de ciclodextrina não complexada pode agir como um limpador para mascarar ou isolar outros componentes miscíveis em água em um sistema que pode interferir com os efeitos ou funções desejadas de um produto.

A FIG. 7A ilustra um modelo trifásico que representa um sistema adventício-ciclodextrina-solvente. O adventício usado na FIG. 7A é citral, e o solvente usado é água, porém deve ser entendido que citral e água são mostrados na FIG. 7A apenas para o propósito de ilustração. Uma pessoa de habilidade comum na técnica, entretanto, entenderá que o modelo trifásico mostrado na FIG. 7A pode ser usado para representar uma ampla variedade de adventícios e solventes. Informações adicionais com respeito a um modelo trifásico similar àquele ilustrado na FIG. 7 podem ser encontradas em Lantz *et al.*, "Use of the three-phase model and headspace analysis for the facile determination of all partition/association constants for highly volatile solute-cyclodextrin-water systems", *Anal Bioanal Chem* (2005) 383: 160-166, que é incorporado neste relatório como referência.

Este modelo trifásico pode ser usado para explicar os fenômenos que ocorrem (1) durante a formação do complexo de inclusão de ciclodextrina, (2) em uma aplicação em bebida do complexo de inclusão de ciclodextrina, e/ou (3) em uma emulsão de flavor. A emulsão de flavor pode incluir, por exemplo, a pasta fluida formada na etapa 5 ou 6 no processo descrito acima antes ou sem a secagem, ou uma pasta fluida formada pela ressuspensão de um pó seco compreendendo um complexo de inclusão de ciclodextrina em um solvente. Uma tal emulsão de flavor pode ser adicionada a uma aplicação em bebida (por exemplo, como um concentrado), ou pulverizada em um substrato, conforme descrito acima.

Conforme mostrado na FIG. 7A, existem três fases em que o adventício pode estar presente, isto é, a fase gasosa, a fase aquosa, e a fase da ciclodextrina (algumas vezes também referida como uma "pseudofase"). Três equilíbrios, e suas constantes de equilíbrio associadas (isto é, K_H , K_{P1} e K_{P2}) são usados para descrever a presença do adventício nessas três fases:



$$K_H = \frac{K_{P1}}{K_{P2}} \quad (4)$$

em que “S” representa o soluto (isto é, o adventício) do sistema na fase correspondente do sistema que é denotado no subscrito, “g” representa a fase gasosa, “aq” representa a fase aquosa, “CD” representa a fase da ciclodextrina, “C_s” representa a concentração do soluto na fase correspondente (isto é, aq ou CD, denotado no sobrescrito), e “P_s” representa a pressão parcial do soluto na fase gasosa.

Para a contagem de todo o adventício no sistema trifásico mostrado na FIG. 7A, segue que o número total de mols do adventício (n_s^{total}) pode ser representado pela equação seguinte:

$$n_s^{total} = n_s^g + n_s^{aq} + n_s^{CD} \quad (5)$$

Para a contagem de qualquer perda do adventício em um produto (por exemplo, uma bebida ou emulsão de flavor) no estado estacionário, o número total de mols do adventício disponível para sensação (n_s^{sabor} , por exemplo, para o sabor em uma bebida ou emulsão de flavor) pode ser representado pela equação seguinte:

$$n_s^{sabor} = n_s^g + n_s^{aq} + n_s^{CD} - f_{(P)} \quad (6)$$

em que $f_{(P)}$ é uma função de partição que representa qualquer migração (ou perda) do adventício, por exemplo, através de uma barreira ou recipiente (por exemplo, um frasco plástico formado de polietileno ou tereftalato de polietileno (PET)) em que a bebida da emulsão de flavor está contida.

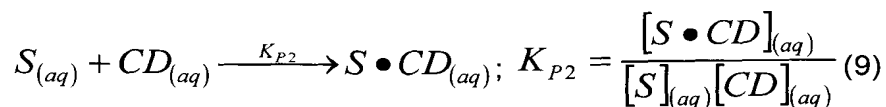
Para adventícios tendo um valor de log (P) positivo alto, o encapsulamento do adventício em ciclodextrina será termodinamicamente favorecido (isto é, K_{P1} e K_{P2} serão maiores do que 1), e o relacionamento seguinte ocorrerá:

$$n_s^{CD} \gg n_s^{aq} > n_s^g > f_{(P)} \quad (7)$$

tal que a maioria do adventício presente no sistema estará na forma de um complexo de inclusão de ciclodextrina. Não apenas será mínima a quantidade de adventício livre nas fases aquosas e gasosas, mas também a migração de adventício através da barreira ou recipiente será minimizada. Consequentemente, a maioria do adventício disponível para sensação estará presente na fase da ciclodextrina, e o número total de mols do adventício disponível para sensação (n_s^{sabor}) pode ser aproximado como segue:

$$n_s^{sabor} \approx n_s^{CD} \quad (8)$$

A formação do complexo de inclusão de ciclodextrina na solução entre o adventício e a ciclodextrina pode ser mais completamente representada pela equação seguinte:



Empiricamente, os dados que sustentam a presente invenção mostraram que o valor de log (P) do adventício pode ser um fator na formação e estabilidade do complexo de inclusão de ciclodextrina. Isto é, os dados empíricos mostraram que o equilíbrio apresentado na equação 9 acima é movido para a direita pela perda de energia líquida acompanhada pelo processo de encapsulamento na solução, e que o equilíbrio pode ser pelo menos parcialmente prognosticado pelo valor de log (P) do adventício de interesse. Foi descoberto que os valores de log (P) dos adventícios podem ser um fator em produtos finais com um alto teor ou meio aquoso. Por exemplo, adventícios com valores de log (P) positivos relativamente altos são tipicamente os menos solúveis em água e podem migrar e separar de um produto final, e podem estar suscetíveis a uma mudança no meio dentro de uma embalagem. Entretanto, o valor de log (P) relativamente alto pode tornar tais adventícios eficazmente desprovidos de impureza e protegidos pela adição de ciclodextrina ao produto final. Em outras palavras, em algumas modalidades, os adventícios que tradicionalmente encontraram dificuldade para se estabilizar, podem se estabilizar facilmente usando os métodos da presente invenção.

Para a contagem do efeito do valor de log (P) do adventício, a constante de equilíbrio (K_{P2}') que representa a estabilidade do adventício em um sistema pode ser representada pela equação seguinte:

$$K_{P2}' = \log(P) \frac{[S \bullet CD]_{(aq)}}{[S]_{(aq)}[CD]_{(aq)}} \quad (10)$$

em que log (P) é o valor de log (P) para o adventício (S) de interesse no sistema. A equação 10 estabelece um modelo que leva em conta um valor de log (P) do adventício. A equação 10 mostra como um sistema termodinamicamente estável pode resultar em primeiro formar um complexo de inclusão de ciclodextrina com um adventício tendo um valor de log (P) positivo relativamente alto. Por exemplo, em algumas modalidades, um sistema estável (isto é, um sistema estabilizante de adventício) pode ser formado usando um adventício tendo um valor de log (P) positivo. Em algumas modalidades, um sistema estável pode ser formado usando um adventício tendo um valor de log (P) de pelo menos cerca de +1. Em algumas modalidades, um sistema estável pode ser formado usando um adventício tendo um valor de log (P) de pelo menos cerca de +2. Em algumas modalidades, um sistema estável pode ser formado usando um adventício tendo um valor de log (P) de pelo menos cerca de +3. Além disso, uma pessoa habilitada pode ver como um sistema termodinamicamente estável pode resultar não apenas em usar um adventício tendo um valor de log (P) positivo, mas também adicionando-se ciclodextrina não complexada adicional para que o

complexo de inclusão de ciclodextrina ainda favoreça o lado direito do equilíbrio mostrado na equação 9 acima, e aumente a razão do adventício complexado para o adventício livre, ou não complexado, para estabilizar ainda o adventício da degradação.

Embora os valores de $\log(P)$ possam ser indicadores empíricos satisfatórios e disponíveis de várias referências, um outro critério importante é a constante de ligação para um adventício particular (isto é, uma vez que um complexo se forma, quão fortemente o adventício é ligado na cavidade da ciclodextrina). Infelizmente, a constante de ligação para um adventício é experimentalmente determinada. No caso de limoneno e citral, por exemplo, citral pode formar um complexo muito mais forte, ainda que os valores de $\log(P)$ sejam similares. Como um resultado, mesmo na presença de altas concentrações de limoneno, citral é preferencialmente protegido até o consumo, por causa de sua constante de ligação mais alta. Isto é um benefício inesperado e não é diretamente prognosticado a partir da literatura científica corrente.

Em algumas modalidades da presente invenção, conforme sustentado pela equação 10, o adventício é adicionado a um produto, sistema ou aplicação (por exemplo, uma bebida) em uma forma não complexada, e a ciclodextrina não complexada é adicionada a este mesmo produto, sistema ou aplicação. Conforme sugerido pela equação 10, a estabilidade do adventício em um tal sistema (e a proteção do adventício da degradação) será pelo menos parcialmente dependente do valor de $\log(P)$ do adventício. Por exemplo, um adventício pode ser adicionado a um sistema para obter uma concentração desejada de adventício no sistema, e ciclodextrina não complexada pode ser adicionada ao sistema para estabilizar o adventício e proteger o adventício da degradação. Em algumas modalidades, a concentração do adventício no sistema é pelo menos cerca de 1 ppm, particularmente, pelo menos cerca de 5 ppm, e mais particularmente, pelo menos cerca de 10 ppm. Em algumas modalidades, a concentração do adventício no sistema é menor do que cerca de 200 ppm, particularmente, menor do que cerca de 150 ppm, e mais particularmente, menor do que cerca de 100 ppm. Em algumas modalidades, a concentração global de componentes cítricos, por exemplo, pode exceder a 1000 ppm (por exemplo, quando limoneno está presente). Entretanto, isto não provou um impedimento para o esquema de estabilização/proteção da presente invenção.

Em algumas modalidades, a ciclodextrina é adicionada ao sistema em uma razão molar de ciclodextrina:adventício de mais do que 1:1. Conforme mostrado na equação 10, a estabilização do adventício no sistema por ciclodextrina pode ser prognosticada pelo valor de $\log(P)$ do adventício. Em algumas modalidades, o adventício escolhido tem um valor de $\log(P)$ positivo. Em algumas modalidades, o adventício tem um valor de $\log(P)$ de mais do que cerca de +1. Em algumas modalidades, o adventício tem um valor de $\log(P)$ de mais do que cerca de +2. Em algumas modalidades, o adventício tem um valor de $\log(P)$ de mais do

que cerca de +3.

Se o produto, sistema ou aplicação inclui um aditivo livre/não complexado, ou um aditivo encapsulado em ciclodextrina, o aditivo pode ser adicionado para obter uma concentração desejada do aditivo no produto, sistema ou aplicação final, e a ciclodextrina não complexada pode ser adicionada ao produto, sistema ou aplicação para manter a porcentagem em peso total de ciclodextrina dentro de limites legais. Por exemplo, em algumas modalidades, a porcentagem em peso de ciclodextrina para o sistema varia de cerca de 0,05 % em peso a cerca de 0,50 % em peso, particularmente, de cerca de 0,15 % em peso a cerca de 0,30 % em peso, e mais particularmente, cerca de 0,2 % em peso. Em algumas modalidades, a ciclodextrina não complexada é combinada com o aditivo e depois adicionada ao sistema. Em algumas modalidades, a ciclodextrina não complexada é adicionada diretamente ao sistema separadamente do aditivo. O exemplo 20 ilustra os efeitos estabilizantes de α -ciclodextrina ou β -ciclodextrina não complexada adicionada a uma solução compreendendo citral. Conforme explicado no Exemplo 20, o citral é protegido da degradação e a formação de desvio de nota é inibida. A equação 10 sugere que o efeito estabilizante do citral pode ser pelo menos parcialmente devido ao valor de log (P) relativamente alto do citral (isto é, 3,45).

Levando-se em conta o log (P) do aditivo, é possível prognosticar a estabilidade do aditivo em um sistema que compreende ciclodextrina. Explorando-se a termodinâmica da complexação na solução, um meio protetor e estável pode ser formado para o aditivo, e isto pode ser movido ainda pela adição de excesso de ciclodextrina não complexada. Características de liberação de um aditivo da ciclodextrina podem ser determinadas por K_H , o coeficiente de partição de ar/água do aditivo. K_H pode ser alto em comparação ao log (P) se o sistema compreendendo o complexo de inclusão de ciclodextrina for colocado em uma situação de desequilíbrio, tal como na boca. Uma pessoa de habilidade comum na técnica entenderá que mais do que um aditivo pode estar presente em um sistema, e que equações e relacionamentos similares podem ser aplicados para cada aditivo do sistema.

Em modalidades em que o aditivo é um flavor e o produto comercial é uma bebida (ou outro líquido), a ciclodextrina pode proteger o flavor da degradação no produto líquido, porém pode liberar o flavor do encapsulamento quando o líquido é contatado com o início do sabor na boca. Assim, o flavor desejado ou essência do produto podem ser mantidos, e o perfil do flavor ou essência apropriado pode ser liberado, enquanto previne a degradação deste flavor ou essência, e enquanto fornece uma quantidade legalmente permitida de ciclodextrina à bebida. Este fenômeno é descrito ainda nos Exemplos 21 a 22 e ilustrado nas Tabelas 2 e 3 e FIGS. 7 a 10.

A comparação direta de bebidas estabilizadas tanto por β -ciclodextrina quanto por

hidroxipropil- β -ciclodextrina forneceu resultados surpreendentes e inesperados. Embora a hidroxipropil- β -ciclodextrina possa resultar em estabilidade de cor superior (conforme mostrado no exemplo 40); ela é menos eficaz do que a β -ciclodextrina na prevenção de desvio de notas de flavor, ainda que sua solubilidade muito maior em água tenha sido considerada para realçar ambos os modos de proteção. Assim, o tamanho da cavidade β e a baixa solubilidade em água inesperada da β -ciclodextrina (1,85 g/100 mL), quando comparada à α -ciclodextrina (14,5 g/100 mL) e γ -ciclodextrina (23,2 g/100 mL), todas medidas a 25 °C, parece fornecer o meio termodinâmico necessário para o desenvolvimento de nanoemulsão e os efeitos estabilizantes observados. Misturas de β -ciclodextrina e hidroxipropil- β -ciclodextrina podem ser usadas para a obtenção da estabilidade da cor e prevenção de desvio de notas. Adequadamente, β -ciclodextrina está presente em cerca de 0,01 % em peso a cerca de 0,1 % em peso no produto acabado, enquanto que hidroxipropil- β -ciclodextrina está presente em cerca de 0,05 % em peso a cerca de 0,3 % em peso no produto acabado. Adequadamente, a hidroxipropil- β -ciclodextrina e β -ciclodextrina estão presentes em uma razão de cerca de 2:1 a cerca de 1:30.

Várias características e aspectos da invenção são apresentados nos exemplos seguintes, os quais são intencionado a serem ilustrativos e não limitantes. Todos os exemplos foram realizados na pressão atmosférica, a menos que estabelecido de outro modo.

EXEMPLO 1: COMPLEXO DE INCLUSÃO DE CICLODEXTRINA COM β -CICLODEXTRINA E DIACETILA, PECTINA COMO UM EMULSIFICADOR, E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

Sob pressão atmosférica, em um reator de 378,5 litros (100 galões), 49.895,16 g (110,02 lb) de β -ciclodextrina foram misturados a seco com 997,9 g (2,20 lb) de pectina de beterraba (2 % em peso de pectina: β -ciclodextrina; pectina de beterraba XPQ EMP 5 disponível da Degussa - França) para formar uma mistura seca. O reator de 378,5 litros (100 galões) foi encamisado para aquecer e resfriar, incluiu-se um agitador de pás, e incluiu-se uma unidade condensadora. O reator foi fornecido com um refrigerante de propilenogilcol a aproximadamente 4,5 °C (40 °F). O sistema refrigerante de propilenogilcol é inicialmente desligado, e a camisa atua até certo grau como um isolante para o reator. 124.737,9 g (275,05 lb) de água desionizada quente foram adicionados à mistura seca de β -ciclodextrina e pectina. A água atingiu uma temperatura de aproximadamente 48 °C (118 °F). A mistura foi agitada durante aproximadamente 30 min. usando o agitador de pás do reator. O reator depois foi aberto temporariamente, e 11.226,411 g (24,75 lb) de diacetila foram adicionados (conforme usado em seguida, "diacetila" nos exemplos refere-se a diacetila adquirida da Aldrich Chemical, Milwaukee, WI). O reator foi vedado novamente, e a mistura resultante foi agitada durante 8 horas sem nenhum calor adicionado. Depois, a camisa do reator foi conectada ao sistema refrigerante de propilenogilcol. O refrigerante foi ligado a aproximadamente 4,5 °C

(40 °F), e a mistura foi agitada durante aproximadamente 36 horas. A mistura depois foi emulsificada usando um misturador de tanque de alto cisalhamento, tal como o que é tipicamente usado em operações de secagem por pulverização. A mistura depois foi seca por pulverização em um secador com bico tendo uma temperatura de entrada de aproximadamente 210 °C (410 °F) e uma temperatura de saída de aproximadamente 105 °C (221 °F). Uma retenção percentual de 12,59 % em peso de diacetila no complexo de inclusão de ciclodextrina foi obtida. O teor de umidade foi medido a 4,0 %. O complexo de inclusão de ciclodextrina incluiu menos do que 0,3 % de diacetila superficial, e o tamanho de partícula do complexo de inclusão de ciclodextrina foi medido como 99,7 % através de uma peneira de malha 80. Aqueles habilitados na técnica entenderão que aquecimento e resfriamento podem ser controlados por outros meios. Por exemplo, diacetila pode ser adicionado até formar uma pasta fluida na temperatura ambiente e pode ser aquecido e resfriado automaticamente.

EXEMPLO 2: COMPLEXO DE INCLUSÃO DE CICLODEXTRINA COM α -CICLODEXTRINA E DIACETILA, PECTINA COMO UM EMULSIFICADOR, E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

A β -ciclodextrina do Exemplo 1 foi substituída por α -ciclodextrina e misturada a seco com 1 % em peso de pectina (isto é, 1 % em peso de pectina: β -ciclodextrina; pectina de beterraba XPQ EMP 5 disponível da Degussa - França). A mistura foi processada e seca pelo método apresentado no Exemplo 1. A retenção percentual de diacetila no complexo de inclusão de ciclodextrina foi de 11,4 % em peso.

EXEMPLO 3: COMPLEXO DE INCLUSÃO DE CICLODEXTRINA COM β -CICLODEXTRINA E ESSÊNCIA DE LARANJA, PECTINA COMO UM EMULSIFICADOR, E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

Essência de laranja, uma corrente de resíduos aquosa da produção de suco, foi adicionada como fase aquosa a uma mistura seca de β -ciclodextrina e 2 % em peso de pectina, formada de acordo com o processo apresentado no Exemplo 1. Nenhuma água adicional foi adicionada, o teor de sólidos foi de aproximadamente 28 %. O complexo de inclusão de ciclodextrina foi formado pelo método apresentado no Exemplo 1. O complexo de inclusão seco continha aproximadamente 3 a 4 % em peso de acetaldeído, aproximadamente 5 a 7 % em peso de butirato de etila, aproximadamente 2 a 3 % em peso de linalool e outras notas que realçam cítricos. O complexo de inclusão de ciclodextrina resultante pode ser útil em bebidas com altas notas.

EXEMPLO 4: COMPLEXO DE INCLUSÃO DE CICLODEXTRINA COM β -CICLODEXTRINA E ACETILPROPIONILA, PECTINA COMO UM EMULSIFICADOR, E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

Um excesso molar de acetilpropionila foi adicionado a uma mistura seca de β -

ciclodextrina e 2 % em peso de pectina em água, seguindo o método apresentado no Exemplo 1. A retenção percentual de acetilpropionila no complexo de inclusão de ciclodextrina foi de 9,27 % em peso. A mistura pode ser útil em sistemas de manteiga livres de diacetila com altas notas.

5 **EXEMPLO 5: PRODUTO DE FLAVOR DE ÓLEO DE LARANJA E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO**

Óleo de laranja (isto é, Orange Brasil; 75 g) foi adicionado a uma fase aquosa compreendendo 635 g de água, 403,75 g de maltodextrina, e 21,25 g de pectina de beterraba (disponível da Degussa - França, produto nº XPQ EMP 5). O óleo de laranja foi adicionado à
10 fase aquosa com agitação suave, seguido por agitação forte a 10.000 rpm para formar uma mistura. A mistura depois foi passada através de um homogeneizador a 250 bars para formar uma emulsão. A emulsão foi seca usando um secador por pulverização da marca NIRO tendo uma temperatura de entrada de aproximadamente 180 °C e uma temperatura de saída de aproximadamente 90 °C para formar um produto seco. A retenção do flavor percentual
15 depois foi quantificada como a quantidade de óleo (em gramas) em 100 g do produto seco, dividido pelo teor de óleo na mistura de partida. A retenção percentual de óleo de laranja foi de aproximadamente 91,5 %.

EXEMPLO 6: PRODUTO DE FLAVOR DE ÓLEO DE LARANJA E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

20 Óleo de laranja (75 g) foi adicionado a uma fase aquosa compreendendo 635 g de água, 297,50 g de maltodextrina, e 127,50 g de goma arábica (disponível da Colloïds Naturels International). O óleo de laranja foi adicionado à fase aquosa e seco seguindo o método apresentado no Exemplo 5. A retenção do flavor percentual foi de aproximadamente 91,5 %.

25 **EXEMPLO 7: PRODUTO DE FLAVOR DE ÓLEO DE LARANJA E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO**

Óleo de laranja (75 g) foi adicionado a uma fase aquosa compreendendo 635 g de água, 297,50 g de maltodextrina, 123,25 g de goma arábica (disponível da Colloïds Naturels International), e 4,25 g de pectina cítrica despolimerizada. O óleo de laranja foi adicionado à fase aquosa e seco seguindo o método apresentado no Exemplo 5. A retenção do flavor
30 percentual foi de aproximadamente 96,9 %.

EXEMPLO 8: PRODUTO DE FLAVOR DE ÓLEO DE LARANJA E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

Óleo de laranja (75 g) foi adicionado a uma fase aquosa compreendendo 635 g de água, 297,50 g de maltodextrina, 123,25 g de goma arábica (disponível da Colloïds Naturels International), e 4,25 g de pectina de beterraba (disponível da Degussa - França, produto nº
35 XPQ EMP 5). O óleo de laranja foi adicionado à fase aquosa e seco seguindo o método apresentado no Exemplo 5. A retenção do flavor percentual foi de aproximadamente 99,0 %.

EXEMPLO 9: PRODUTO DE FLAVOR DE ÓLEO DE LARANJA E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

Óleo de laranja (75 g) foi adicionado a uma fase aquosa compreendendo 635 g de água, 403,75 g de maltodextrina, e 21,25 g de pectina cítrica despolimerizada. O óleo de laranja foi adicionado à fase aquosa e seco seguindo o método apresentado no Exemplo 5. A retenção do flavor percentual foi de aproximadamente 90,0 %.

EXEMPLO 10: PRODUTO DE FLAVOR DE ÓLEO DE LARANJA E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

Óleo de laranja (75 g) foi adicionado a uma fase aquosa compreendendo 635 g de água, 340,00 g de maltodextrina, e 85,00 g de goma arábica (disponível da Colloïds Naturels International). O óleo de laranja foi adicionado à fase aquosa e seco seguindo o método apresentado no Exemplo 5. A retenção do flavor percentual foi de aproximadamente 91,0 %.

EXEMPLO 11: PRODUTO DE FLAVOR DE ÓLEO DE LARANJA E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

Óleo de laranja (75 g) foi adicionado a uma fase aquosa compreendendo 635 g de água e 425,00 g de maltodextrina. O óleo de laranja foi adicionado à fase aquosa e seco seguindo o método apresentado no Exemplo 5. A retenção do flavor percentual foi de aproximadamente 61,0 %.

EXEMPLO 12: PRODUTO DE FLAVOR DE ÓLEO DE LARANJA E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

Óleo de laranja (75 g) foi adicionado a uma fase aquosa compreendendo 635 g de água, 420,75 g de maltodextrina, e 4,25 g de pectina. O óleo de laranja foi adicionado à fase aquosa e seco seguindo o método apresentado no Exemplo 5. A retenção do flavor percentual foi de aproximadamente 61,9 %.

EXEMPLO 13: PRODUTO DE FLAVOR DE ÓLEO DE LARANJA E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

Óleo de laranja (75 g) foi adicionado a uma fase aquosa compreendendo 635 g de água, 403,75 g de maltodextrina, e 21,50 g de pectina. O óleo de laranja foi adicionado à fase aquosa e seco seguindo o método apresentado no Exemplo 5. A retenção do flavor percentual foi de aproximadamente 71,5 %.

EXEMPLO 14: PRODUTO DE FLAVOR DE ÓLEO DE LARANJA E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

Óleo de laranja (75 g) foi adicionado a uma fase aquosa compreendendo 635 g de água, 420,75 g de maltodextrina, e 4,75 g de pectina cítrica despolimerizada. O óleo de laranja foi adicionado à fase aquosa e seco seguindo o método apresentado no Exemplo 5. A retenção do flavor percentual foi de aproximadamente 72,5 %.

EXEMPLO 15: PRODUTO DE FLAVOR DE ÓLEO DE LARANJA E PROCESSO

PARA FORMAR O MESMO

Óleo de laranja (75 g) foi adicionado a uma fase aquosa compreendendo 635 g de água, 420,75 g de maltodextrina, e 4,75 g de pectina de beterraba (disponível da Degussa - França, produto nº XPQ EMP 5). O óleo de laranja foi adicionado à fase aquosa e seco seguindo o método apresentado no Exemplo 5. A retenção do flavor percentual foi de aproximadamente 78,0 %.

EXEMPLO 16: PRODUTO DE FLAVOR DE ÓLEO DE LARANJA E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

Óleo de laranja (75 g) foi adicionado a uma fase aquosa compreendendo 635 g de água, 414,40 g de maltodextrina, e 10,60 g de pectina cítrica despolimerizada. O óleo de laranja foi adicionado à fase aquosa e seco seguindo o método apresentado no Exemplo 5. A retenção do flavor percentual foi de aproximadamente 85,0 %.

EXEMPLO 17: PRODUTO DE FLAVOR DE ÓLEO DE LARANJA E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

Óleo de laranja (75 g) foi adicionado a uma fase aquosa compreendendo 635 g de água, 414,40 g de maltodextrina, e 10,60 g de pectina de beterraba (disponível da Degussa - França, produto nº XPQ EMP 5). O óleo de laranja foi adicionado à fase aquosa e seco seguindo o método apresentado no Exemplo 5. A retenção do flavor percentual foi de aproximadamente 87,0 %.

EXEMPLO 18: COMPLEXO DE INCLUSÃO DE CICLODEXTRINA COM β -CICLODEXTRINA E CITRAL, PECTINA COMO UM EMULSIFICADOR, E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

Sob pressão atmosférica, em um reator de 1 L, 200 g de β -ciclodextrina foram misturados a seco com 4,0 g de pectina de beterraba (2 % em peso de pectina: β -ciclodextrina; pectina de beterraba XPQ EMP 5 disponível da Degussa - França) para formar uma mistura seca. 500 g de água desionizada foram adicionados à mistura seca de β -ciclodextrina e pectina para formar uma pasta fluida ou mistura. O reator de 1 L foi ativado para aquecer e resfriar por intermédio de um aparelho de aquecimento e resfriamento de banho em água em escala laboratorial. A mistura foi aquecida de 55 a 60 graus C durante 5 horas e agitada. 27 g de citral (citral natural, SAP Nº 921565, Lote Nº 10000223137, disponível da Citrus & Allied) foram adicionados. O reator foi vedado, e a mistura resultante foi agitada durante 5 horas a cerca de 55 a 60 graus C. A parte de resfriamento do aparelho laboratorial de aquecimento e resfriamento depois foi ligada, e a mistura foi agitada durante a noite a cerca de 5 a 10 graus C. A mistura depois foi seca por pulverização em um secador por pulverização laboratorial B-191 BUCHI (disponível da Buchi, Suíça) tendo uma temperatura de entrada de aproximadamente 210 graus C e uma temperatura de saída de aproximadamente 105 graus C. Uma retenção percentual de 11,5 % em peso de citral no complexo de inclusão de ciclo-

dextrina foi obtida. O pó seco resultante incluiu 0,08 % em peso de óleos superficiais (cital livre).

5 EXEMPLO 19A: COMPOSIÇÃO DE FLAVOR COMPREENDENDO CITRAL
ENCAPSULADO EM CICLODEXTRINA E EXCESSO DE CICLODEXTRINA NÃO
COMPLEXADA

10 Citral encapsulado foi produzido de acordo com o método apresentado no Exemplo 18. O pó seco resultante incluindo o citral encapsulado em ciclodextrina foi misturado a seco com β -ciclodextrina adicional para obter uma % em peso de cerca de 1,0 % em peso do complexo do Exemplo 18 ou cerca de 0,1 % em peso de citral na mistura de pó seco resul-
tante ("mistura de citral-ciclodextrina/ciclodextrina"). A mistura de citral-
ciclodextrina/ciclodextrina foi adicionada a uma bebida ácida em uma % em peso de cerca
de 0,2 % em peso da mistura de pó seco (isto é, citral encapsulado em β -ciclodextrina mais
 β -ciclodextrina adicional) para o peso total da bebida. Isto forneceu 10 a 15 ppm de citral e
cerca de 0,2 % em peso de β -ciclodextrina à bebida ácida.

15 EXEMPLO 19B: COMPOSIÇÃO DE FLAVOR COMPREENDENDO CITRAL
ENCAPSULADO EM CICLODEXTRINA E EXCESSO DE CICLODEXTRINA NÃO
COMPLEXADA

20 Citral encapsulado é produzido de acordo com o método apresentado no Exemplo 18. O pó seco resultante incluindo o citral encapsulado em ciclodextrina é misturado a seco com β -ciclodextrina adicional para obter uma % em peso de cerca de 0,1 % em peso de ci-
tral na mistura de pó seco resultante ("mistura de citral-ciclodextrina/ciclodextrina"). A mistu-
ra de citral-ciclodextrina/ciclodextrina é adicionada a uma bebida como uma nota alta. A mis-
tura de citral-ciclodextrina/ciclodextrina é adicionada em uma % em peso de cerca de 0,2 %
em peso da mistura de pó seco (isto é, citral encapsulado em β -ciclodextrina mais β -
25 ciclodextrina adicional) para o peso total da bebida.

Uma diluição adicional/mistura seca de citral encapsulado apresentado no Exemplo 18 com excesso de β -ciclodextrina adicional para obter 0,2 % em peso de citral ativo. Esta diluição adicionada é necessária para estudar o efeito de 0,1 % de β -ciclodextrina na bebida enquanto fornecendo um nível idêntico de citral.

30 EXEMPLO 19C: COMPOSIÇÃO DE FLAVOR COMPREENDENDO CITRAL
ENCAPSULADO EM CICLODEXTRINA E EXCESSO DE HIDROXIPROPIL-B-
CICLODEXTRINA NÃO COMPLEXADA

35 Citral encapsulado é produzido de acordo com o método apresentado no Exemplo 18. O pó seco resultante incluindo o citral encapsulado em ciclodextrina foi misturado a seco com hidroxipropil- β -ciclodextrina (Aldrich Chemical, Milwaukee WI) para obter uma % em
peso de cerca de 0,1 % em peso de citral na mistura de pó seco resultante ("mistura de ci-
tral-ciclodextrina/ciclodextrina"). A mistura de citral-ciclodextrina/ciclodextrina foi adicionada

a uma bebida ácida em uma % em peso de cerca de 0,2 % em peso da mistura de pó seco (isto é, citral encapsulado em β -ciclodextrina mais hidroxipropil- β -ciclodextrina adicional) para o peso total da bebida. Isto forneceu 10 a 15 ppm de citral e cerca de 0,2 % em peso de hidroxipropil- β -ciclodextrina.

- 5 Uma diluição adicional/mistura seca de citral encapsulado apresentado no Exemplo 18 com excesso de hidroxipropil- β -ciclodextrina adicional para obter 0,2 % em peso de citral ativo. Esta diluição adicionada é necessária para estudar o efeito de 0,1 % hidroxipropil- β -ciclodextrina na bebida enquanto fornecendo um nível idêntico de citral.

EXEMPLO 20: ESTABILIZAÇÃO DE CITRAL COM CICLODEXTRINA

- 10 Citral (citral natural, SAP N° 921565, Lote N° 10000223137, disponível da Citrus & Allied) foi preparado em etanol e diluído em ácido cítrico para obter um nível de flavor desejado (por exemplo, 3 mL (1 % de citral em EtOH) por 2 L de ácido cítrico 0,6 %; designado como “controle” ou “controle recém preparado” na Tabela 2). Depois, 0,1 % em peso e 0,2 % em peso de α -ciclodextrina ou β -ciclodextrina foram adicionados ao controle e mantidos a
- 15 4,4 graus C (40 graus F) ou 32,2 graus C (90 graus F) durante 18 horas, 36 horas, ou 48 horas para simular vários prazos de validade. As contagens de área bruta de várias formas de citral ou compostos de flavor de caráter-impacto cítrico (isto é, total de neral, geranial, e citral, a soma de neral e geranial), e uma variedade de outros compostos, incluindo produtos químicos com desvio de nota de flavor cítrico comuns (por exemplo, carveol, p-cimeno ou p-
- 20 cimeno-8-ol, p,a-dimetilestireno, menta-1,5-dien-8-ol 1, e menta-a,5-dien-8-ol 2) e padrão interno de clorocicloexano (designado como “CCH int std” na Tabela 2) foram medidos para cada permutação do experimento, conforme mostrado na Tabela 2. Conforme usado neste relatório, o termo “contagens de área bruta” é usado para se referir à área sob a curva de
- 25 uma porção correspondente de um cromatograma a gás quando as amostras são analisadas usando uma análise de cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas, isto é, um espectrômetro de massas por tempo de voo PEGASUS II (TOF-MS; disponível da LECO Corp., St. Joseph, Michigan). O padrão interno de clorocicloexano foi incluído a 10 ppm por bebida para tentar normalizar as contagens de área bruta dos outros compostos de
- 30 interesse. Conforme mostrado na Tabela 2 (Figura 28), a adição de ciclodextrina (e particularmente, β -ciclodextrina) aumentou a quantidade de citral na solução, e diminuiu a quantidade de desvio de notas formado. Especificamente, este fenômeno foi observado como prazo de validade simulado aumentado (isto é, uma distinção maior foi observada entre soluções contendo ciclodextrina, e particularmente, β -ciclodextrina e o controle como tempo e temperatura aumentados). Isto pode ser observado comparando-se a FIG. 8 e a FIG. 9, que
- 35 ilustram a inibição de formação de desvio de nota com a adição de β -ciclodextrina. Isto pode ser ainda observado comparando-se a FIG. 10 e a FIG. 11, que ilustram uma contribuição de citral prolongada (e outro flavor de caráter-impacto cítrico) à bebida em intervalos de

tempo tardios e carecem de desvio de notas em intervalos de tempo tardios com a adição de β -ciclodextrina.

EXEMPLO 21: ESTABILIDADE DE CITRAL ENCAPSULADO EM CICLODEXTRINA EM ÁCIDO

Conforme mostrado na Tabela 3 (Figura 29), quatro versões diferentes de uma bebida ácida de amostra foram analisadas. As quatro bebidas de amostra foram formadas adicionando-se várias formas de citral a uma base de limonada de pH baixo, ou uma solução de “açúcar em ácido” (por exemplo, 0,5 % de ácido cítrico e 8 % de açúcar em água). A primeira bebida, referida na Tabela 3 como “nenhum citral”, foi formada adicionando-se um componente de flavor cítrico sem citral à solução de açúcar em ácido. A segunda bebida, “citral adicionado”, foi formada adicionando-se 3 mL (1 % de citral em EtOH) por 2 L de ácido cítrico 0,6 % (o citral usado foi citral natural, SAP Nº 921565, Lote Nº 10000223137, disponível da Citrus & Allied) à solução de açúcar em ácido para obter uma concentração de citral de cerca de 10 a 15 ppm. A terceira bebida, “0,2 % de BCD-citral”, foi formada adicionando-se 0,2 % em peso da mistura de citral-ciclodextrina/ciclodextrina formada no Exemplo 19A à solução de açúcar em ácido para obter uma concentração de citral de cerca de 10 a 15 ppm. A quarta bebida, “0,2 % de WSR”, foi formada adicionando-se 0,2 % em peso de alecrim solúvel em água à segunda bebida, enquanto mantendo uma concentração de citral de cerca de 10 a 15 ppm. Alecrim solúvel em água (“WSR”) conforme usado neste relatório refere-se ao padrão industrial usado na estabilização de aromatizantes miscíveis em água.

As contagens de área bruta de várias formas de citral ou compostos de flavor de caráter-impacto cítrico (isto é, sabineno, p-cimeno, neral, e geranial), e uma variedade de outros compostos, incluindo produtos químicos com desvio de nota cítricas comuns (por exemplo, p,a-dimetilestireno, p-cimeno-8-ol, e menta-1,5-dien-8-ol 1) foram medidas para cada uma das quatro bebidas. Medições foram tomadas depois de 1 dia a 4,4 graus C (40 graus F), 1 dia a 31,1 graus C (88 graus F), 2 dias a 4,4 graus C (40 graus F), 2 dias a 31,1 graus C (88 graus F), 7 dias a 4,4 graus C (40 graus F), 7 dias a 37,7 graus C (100 graus F), 14 dias a 4,4 graus C (40 graus F), 14 dias a 37,7 graus C (100 graus F), 21 dias a 4,4 graus C (40 graus F), e 21 dias a 37,7 graus C (100 graus F) para simular vários prazos de validade. Além disso, as contagens de área bruta dos compostos acima em uma lata de limonada da marca Country Time® foram determinadas.

Conforme mostrado na Tabela 3 e FIG. 12 e FIG. 13, em temperaturas mais quentes (isto é, 31,1 graus C (88 graus F) e 37,7 graus C (100 graus F)), a terceira bebida incluiu contagens de área bruta similares de citral e outros compostos de flavor cítrico como as outras bebidas (veja FIG. 12), porém com as contagens de área bruta mais baixas de desvio de notas formado em todos os intervalos de tempo (veja FIG. 13). Conforme mostrado nas FIGS. 14 e 15, em uma temperatura mais fria (isto é, 4,4 graus C (40 graus F)), a terceira

bebida incluiu contagens de área bruta similares de citral e outros compostos de flavor cítrico como as outras bebidas (veja FIG. 14), porém com contagens de área bruta mais baixas de desvio de notas formado em todos os intervalos de tempo do que a segunda e terceira bebidas, e as mesmas contagens de área bruta de desvio de notas formado na primeira bebida para que nenhum citral fosse adicionado (veja a coluna “Desvio de Notas Combinado” na Tabela 2 e FIG. 15).

Conforme mostrado na Tabela 3 (Figura 29), menta-1,5-dien-8-ol é o primeiro desvio de nota a se formar a partir do citral desprotegido, que ainda degrada ao p-cimen-8-ol com o passar do tempo. Entretanto, nenhum desvio de nota estava presente na terceira bebida, que inclui a mistura de citral-ciclodextrina/ciclodextrina. Também, 0,2 % de BCD-citral foi melhor para estabilizar citral e outros compostos de flavor cítrico do que o padrão industrial WSR.

EXEMPLO 22: ESTABILIDADE DE CITRAL ENCAPSULADO EM CICLODEXTRINA EM ÁCIDO

Uma primeira bebida, referida como “0,3 % de BCD” na coluna ID da Tabela 4, foi formada adicionando-se 0,3 % em peso da mistura de citral-ciclodextrina/ciclodextrina formada no Exemplo 19A à solução de açúcar em ácido para obter uma concentração de citral de cerca de 20 ppm. Uma segunda bebida, “0,3 % de WSR”, foi formada adicionando-se 0,3 % em peso de WSR à segunda bebida do Exemplo 21, enquanto mantendo uma concentração de citral de cerca de 10 a 15 ppm. As contagens de área bruta de várias formas de citral ou compostos de flavor cítrico (isto é, sabineno, p-cimeno, neral, e geranial), e uma variedade de outros compostos, incluindo produtos químicos com desvio de nota cítricas comuns (por exemplo, p,a-dimetilestireno, p-cimeno-8-ol, e menta-1,5-dien-8-ol 1) foram medidas para cada uma das duas bebidas. Medições foram tomadas depois de 7 dias a 4,4 graus C (40 graus F), 7 dias a 37,7 graus C (100 graus F), 14 dias a 4,4 graus C (40 graus F), 14 dias a 37,7 graus C (100 graus F), 21 dias a 4,4 graus C (40 graus F) e 21 dias a 37,7 graus C (100 graus F) para simular vários prazos de validade. Conforme mostrado na Tabela 4 (Figura 30), na temperatura mais quente e na temperatura mais fria, a primeira bebida incluiu manutenção similar de contribuição de citral (e outro flavor de caráter-impacto cítrico) como a outra bebida, porém inibição realçada da formação de desvio de notas em todos os intervalos de tempo. Uma diminuição geral em voláteis foi observada devido às interações com o recipiente da bebida. Entretanto, os complexos mais fortes que se formaram entre citral e β -ciclodextrina podem ser parcialmente responsáveis pela redução em valores da análise de headspace para citral. Citral está disponível para sabor, conforme mostrado nas análises sensoriais (Exemplo 34 e FIGS. 16 e 17), e conforme previamente descrito.

EXEMPLO 23: COMPLEXO DE INCLUSÃO DE CICLODEXTRINA COM β -CICLODEXTRINA E ÓLEO DE LIMÃO 3X, PECTINA COMO UM EMULSIFICADOR, E

PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

Sob pressão atmosférica, em um reator de 1 L, 400 g de β -ciclodextrina foram misturados a seco com 8,0 g de pectina de beterraba (2 % em peso de pectina: β -ciclodextrina; pectina de beterraba XPQ EMP 5 disponível da Degussa - França) para formar uma mistura seca. 1 L de água desionizada foi adicionado à mistura seca de β -ciclodextrina e pectina para formar uma pasta fluida ou mistura. O reator de 1 L foi ativado para aquecer e resfriar por intermédio de um aparelho de aquecimento e resfriamento de banho em água em escala laboratorial. A mistura foi agitada durante cerca de 30 min. 21 g de Óleo de Limão Califórnia 3X (isto é, 3 vezes), disponível da Citrus & Allied) foram adicionados. O reator foi vedado, e a mistura resultante foi agitada durante 4 horas a cerca de 55 a 60 graus C. A parte de resfriamento do aparelho laboratorial de aquecimento e resfriamento depois foi ligada, e a mistura foi agitada durante a noite a cerca de 5 a 10 graus C. A mistura depois foi seca por pulverização em um secador por pulverização laboratorial B-191 BUCHI (disponível da Buchi, Suíça) tendo uma temperatura de entrada de aproximadamente 210 graus C e uma temperatura de saída de aproximadamente 105 graus C. Uma retenção percentual de 4,99 % em peso de óleo de limão 3X no complexo de inclusão de ciclodextrina foi obtida.

EXEMPLO 24A: COMPOSIÇÃO DE FLAVOR COMPREENDENDO ÓLEO DE LIMÃO 3X ENCAPSULADO EM CICLODEXTRINA E EXCESSO DE CICLODEXTRINA NÃO COMPLEXADA USADA NA BEBIDA

O pó seco resultante do Exemplo 23 incluindo o óleo de limão 3X encapsulado em ciclodextrina é misturado a seco com β -ciclodextrina adicional para obter uma % em peso de cerca de 1 % em peso de óleo de limão 3X na mistura de pó seco resultante ("mistura de óleo de limão 3X-ciclodextrina/ciclodextrina"). A mistura de óleo de limão 3X-ciclodextrina/ciclodextrina depois é adicionada a uma bebida em uma % em peso variando de cerca de 0,05 % em peso a cerca de 0,30 % em peso da mistura de pó seco (isto é, citral encapsulado em β -ciclodextrina mais β -ciclodextrina adicional) para o peso total da bebida. Espera-se que isto forneça 20 a 30 ppm de óleo de limão 3X e de cerca de 0,05 % em peso a cerca de 0,30 % em peso de β -ciclodextrina à bebida, dependendo da quantidade da mistura de pó seco adicionada à bebida.

EXEMPLO 24B: COMPOSIÇÃO DE FLAVOR COMPREENDENDO ÓLEO DE LIMÃO 3X ENCAPSULADO EM CICLODEXTRINA E EXCESSO DE CICLODEXTRINA NÃO COMPLEXADA USADA NA BEBIDA

A combinação do pó seco do Exemplo 24 misturada com o complexo de inclusão de citral-ciclodextrina do Exemplo 18 é mesclada (5 partes de citral/3 partes de limão 3X) e mesclada com β -ciclodextrina adicional para obter um 1 % de flavor ativo em ciclodextrina. A mistura é útil na liberação de um "peely" estável, caráter de limão fresco em temperos e condimentos com um alto teor de ácido (acético) ou na bebida onde uma aparência seme-

lhante a suco e mais opaca é desejada, com estabilidade alta.

EXEMPLO 25: COMPLEXO DE INCLUSÃO DE CICLODEXTRINA COM β -CICLODEXTRINA E ALFA-TOCOFEROL, PECTINA COMO UM EMULSIFICADOR, E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

Sob pressão atmosférica, em um reator de 1 L, 200 g de β -ciclodextrina foram misturados a seco com 4,0 g de pectina de beterraba (2 % em peso de pectina: β -ciclodextrina; pectina de beterraba XPQ EMP 5 disponível da Degussa - França) para formar uma mistura seca. 500 g de água desionizada foram adicionados à mistura seca de β -ciclodextrina e pectina para formar uma pasta fluida ou mistura. O reator de 1 L foi ativado para aquecer e resfriar por intermédio de um aparelho de aquecimento e resfriamento de banho em água em escala laboratorial. A mistura foi agitada durante cerca de 30 min. 23 g de D,L-alfa-tocoferol (Kosher, SAP# 1020477, disponível da BASF) foram adicionados. O reator foi vedado, e a mistura resultante foi agitada durante a noite a cerca de 55 a 60 graus C. A parte de resfriamento do aparelho laboratorial de aquecimento e resfriamento depois foi ligada, e a mistura foi agitada durante a noite a cerca de 5 a 10 graus C. A mistura depois foi seca por pulverização em um secador por pulverização laboratorial B-191 BUCHI (disponível da Buchi, Suíça) tendo uma temperatura de entrada de aproximadamente 210 graus C e uma temperatura de saída de aproximadamente 105 graus C. Uma retenção percentual de 10,31 % em peso de alfa-tocoferol no complexo de inclusão de ciclodextrina foi obtida. Uma razão molar 1:1 de alfa-tocoferol em β -ciclodextrina corresponderia a 27,52 % em peso, entretanto, a literatura relata que isto é uma pasta oleosa. 10,31 % em peso do produto é um pó seco de livre escoamento que pode ser facilmente disperso em água. 10,31 % em peso do complexo de alfa tocoferol facilmente dispersa em água quando usado a 0,1 % (isto é, corte no excesso de β -ciclodextrina não complexada).

EXEMPLO 26: COMPOSIÇÃO COMPREENDENDO ALFA-TOCOFEROL ENCAPSULADO EM CICLODEXTRINA E EXCESSO DE CICLODEXTRINA NÃO COMPLEXADA USADA NA BEBIDA

O pó seco resultante do Exemplo 25 que inclui o alfa-tocoferol encapsulado em ciclodextrina é misturado a seco com β -ciclodextrina adicional para obter uma % em peso de cerca de 1 % em peso de alfa-tocoferol na mistura de pó seco resultante ("mistura de alfa-tocoferol-ciclodextrina/ciclodextrina"). A mistura de alfa-tocoferol-ciclodextrina/ciclodextrina depois é adicionada a uma bebida como um antioxidante e/ou um produto nutracêutico a uma bebida A.C.E. (isto é, A = vitamina A, C = vitamina C, e E = vitamina E) em uma % em peso de cerca de 0,2 % em peso da mistura de pó seco (isto é, alfa-tocoferol encapsulado em β -ciclodextrina mais β -ciclodextrina adicional) para o peso total da bebida. Espera-se que isto forneça 10 ppm de alfa-tocoferol e cerca de 0,2 % em peso de β -ciclodextrina à bebida ácida.

EXEMPLO 27: COMPOSIÇÃO DE FLAVOR COMPREENDENDO ALFA-TOCOFEROL ENCAPSULADO EM CICLODEXTRINA E EXCESSO DE CICLODEXTRINA NÃO COMPLEXADA USADA NA BEBIDA

O pó seco resultante do Exemplo 25 incluindo o alfa-tocoferol encapsulado em ciclodextrina é combinado com outras composições de flavor (por exemplo, a citral- β -ciclodextrina formada de acordo com o Exemplo 18, e/ou o óleo de limão 3X- β -ciclodextrina formada de acordo com o Exemplo 23) e depois misturado a seco com β -ciclodextrina adicional para obter o nível desejado de componentes de flavor e alfa-tocoferol na mistura de pó seco resultante. A mistura de pó seco resultante depois é adicionada a uma bebida como um antioxidante/produto nutracêutico/composição de flavor. Espera-se que isto libere a quantidade apropriada de antioxidante/produto nutracêutico e perfil de flavor à bebida, e uma quantidade apropriada de β -ciclodextrina à bebida (por exemplo, 0,2 % em peso). Nas bebidas, espera-se que uma tal combinação forneça flavor, turvação (isto é, aparência semelhante ao suco), estabilidade adicionada aos componentes cítricos, e demonstre a vantagem de ser capaz de misturar nível de flavor, turvação e funcionalidade. Antecipa-se que um tal sistema é altamente eficaz em molho para saladas e misturas de temperos, pelo menos parcialmente por causa da proteção cítrica realçada ligada à proteção lipídica adicionada.

EXEMPLO 28: COMPLEXO DE INCLUSÃO DE CICLODEXTRINA COM β -CICLODEXTRINA E ÓLEOS DE LIMA-LIMÃO, PECTINA COMO UM EMULSIFICADOR E GOMA XANTANA COMO UM ESPESSANTE, E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

Em um reator de 1 L, 400 g de β -ciclodextrina (β -ciclodextrina W7, disponível da Wacker), 8 g de pectina de beterraba (2 % em peso de pectina: β -ciclodextrina; pectina de beterraba XPQ EMP 4 disponível da Degussa - França), e 1,23 g de goma xantana (goma xantana KELTROL, disponível da CP Kelco SAP Nº 15695) foram misturados a seco para formar uma mistura seca. 800 mL de água desionizada foram adicionados à mistura seca para formar uma pasta fluida ou mistura. O reator de 1 L foi ativado para aquecer e resfriar por intermédio de um aparelho de aquecimento e resfriamento de banho em água em escala laboratorial. A mistura foi agitada durante cerca de 30 min. 21 g de flavor de lima-limão 043-03000 (SAP# 1106890, disponível da Degussa Flavors & Fruit Systems), foram adicionados. O reator foi vedado, e a mistura resultante foi agitada durante 4 horas a cerca de 55 a 60 graus C. A parte de resfriamento do aparelho laboratorial de aquecimento e resfriamento depois foi ligada, e a mistura foi agitada durante a noite a cerca de 5 a 10 graus C. A mistura depois foi seca por pulverização em um secador por pulverização laboratorial B-191 BUCHI (disponível da Buchi, Suíça) tendo uma temperatura de entrada de aproximadamente 210 graus C e uma temperatura de saída de aproximadamente 105 graus C. Uma retenção percentual de cerca de 4,99 % em peso de óleos de lima-limão no complexo de inclusão de ciclodextrina foi obtida.

EXEMPLO 29: COMPLEXO DE INCLUSÃO DE CICLODEXTRINA COM β -CICLODEXTRINA E ÓLEOS DE LIMA-LIMÃO, PECTINA COMO UM EMULSIFICADOR E GOMA XANTANA COMO UM ESPESSANTE, E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

Em um reator de 1 L, 300 g de β -ciclodextrina (β -ciclodextrina W7, disponível da Wacker), 6 g de pectina de beterraba (2 % em peso de pectina: β -ciclodextrina; pectina de beterraba XPQ EMP 4 disponível da Degussa - França), e 1,07 g de goma xantana (goma xantana KELTROL, disponível da CP Kelco SAP N^o 15695) foram misturados a seco para formar uma mistura seca. 750 mL de água desionizada foram adicionados à mistura seca para formar uma pasta fluida ou mistura. O reator de 1 L foi ativado para aquecer e resfriar por intermédio de um aparelho de aquecimento e resfriamento de banho em água em escala laboratorial. A mistura foi agitada durante cerca de 30 min. 16 g de flavor de lima-limão 043-03000 (SAP# 1106890, disponível da Degussa Flavors & Fruit Systems), foram adicionados. O reator foi vedado, e a mistura resultante foi agitada durante 4 horas a cerca de 55 a 60 graus C. A parte de resfriamento do aparelho laboratorial de aquecimento e resfriamento depois foi ligada, e a mistura foi agitada durante a noite a cerca de 5 a 10 graus C. A mistura depois foi emulsificada usando um misturador de tanque de alto cisalhamento (misturador HP 5 IPQ, disponível da Silverston Machines Ltd., Chesham, Inglaterra). Uma retenção percentual de cerca de 5,06 % em peso de óleos de lima-limão no complexo de inclusão de ciclodextrina foi obtida.

EXEMPLO 30: COMPOSIÇÃO DE FLAVOR COMPREENDENDO ÓLEOS DE LIMA-LIMÃO ENCAPSULADOS EM CICLODEXTRINA E EXCESSO DE CICLODEXTRINA NÃO COMPLEXADA USADA NA BEBIDA

O pó seco resultante do Exemplo 28, e/ou a emulsão resultante do Exemplo 29 incluindo os óleos de lima-limão encapsulados em ciclodextrina é misturado a seco com β -ciclodextrina adicional para obter uma % em peso de cerca de 1 % em peso de óleos de lima-limão na mistura de pó seco resultante ("mistura de óleos de lima-limão-ciclodextrina/ciclodextrina"). A mistura de óleos de lima-limão-ciclodextrina/ciclodextrina depois é adicionada a uma bebida em uma % em peso variando de cerca de 0,05 % em peso a cerca de 0,30 % em peso da mistura de pó seco (isto é, óleos de lima-limão encapsulados em β -ciclodextrina mais β -ciclodextrina adicional) para o peso total da bebida. Espera-se que isto forneça 50 a 100 ppm de óleos de lima-limão e de cerca de 0,05 % em peso a cerca de 0,30 % em peso de β -ciclodextrina à bebida, dependendo da quantidade de mistura de pó seco adicionada à bebida.

EXEMPLO 31: COMPLEXO DE INCLUSÃO DE CICLODEXTRINA COM β -CICLODEXTRINA E CITRAL, PECTINA COMO UM EMULSIFICADOR E GOMA XANTANA COMO UM ESPESSANTE, E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

Em um reator de 1 L, 300 g de β -ciclodextrina (β -ciclodextrina W7, disponível da

Wacker), 6 g de pectina de beterraba (2 % em peso de pectina: β -ciclodextrina; pectina de beterraba XPQ EMP 4 disponível da Degussa - França), e 0,90 g de goma xantana (goma xantana KELTROL, disponível da CP Kelco SAP Nº 15695) foram misturados a seco para formar uma mistura seca. 575 mL de água desionizada foram adicionados à mistura seca para formar uma pasta fluida ou mistura. O reator de 1 L foi ativado para aquecer e resfriar por intermédio de um aparelho de aquecimento e resfriamento de banho em água em escala laboratorial. A mistura foi agitada durante cerca de 30 min. 18 g de citral (citral natural, SAP Nº 921565, Lote Nº 10000223137, disponível da Citrus & Allied), foram adicionados. O reator foi vedado, e a mistura resultante foi agitada durante 4 horas a cerca de 55 a 60 graus C. A parte de resfriamento do aparelho laboratorial de aquecimento e resfriamento depois foi ligada, e a mistura foi agitada durante o fim de semana a cerca de 5 a 10 graus C. A mistura depois foi dividida em duas partes iguais. Uma metade foi emulsificada com pureza usando um misturador de tanque de alto cisalhamento (misturador HP 5 IPQ, disponível da Silveston Machines Ltd., Chesham, Inglaterra). 1 % em peso de goma acácia foi adicionado à outra metade, e a mistura resultante foi emulsificada usando o mesmo misturador de tanque de alto cisalhamento. Uma retenção percentual de cerca de 2,00 % em peso de citral no complexo de inclusão de ciclodextrina foi obtida.

EXEMPLO 32: EMULSÃO DE FLAVOR COMPREENDENDO CITRAL ENCAPSULADO EM CICLODEXTRINA USADA NO PRODUTO ALIMENTÍCIO OU BEBIDA

Uma ou ambas as emulsões resultantes do Exemplo 31 incluindo o citral encapsulado em ciclodextrina é adicionada diretamente a um produto alimentício ou bebida para obter um produto estável com o perfil de flavor apropriado. As emulsões são adicionadas diretamente a um produto alimentício ou bebida, ou pulverizadas em um substrato de alimento.

EXEMPLO 33: EMULSÃO DE FLAVOR COMPREENDENDO CITRAL ENCAPSULADO EM CICLODEXTRINA E EXCESSO DE CICLODEXTRINA NÃO COMPLEXADA USADA EM UMA BEBIDA

Uma (ou uma mistura de ambas) das emulsões resultantes formadas de acordo com o Exemplo 31 incluindo o citral encapsulado em ciclodextrina é combinada com β -ciclodextrina adicional para obter uma % em peso de cerca de 1 % em peso de citral na emulsão de flavor resultante ("emulsão de citral-ciclodextrina/ciclodextrina"). A emulsão de citral-ciclodextrina/ciclodextrina é adicionada a uma bebida em uma % em peso variando de cerca de 0,05 % em peso a cerca de 0,30 % em peso da emulsão de flavor (isto é, citral encapsulado com β -ciclodextrina mais β -ciclodextrina adicional) para o peso total da bebida. Assim, espera-se fornecer 10 a 20 ppm de citral e de cerca de 0,05 % em peso a cerca de 0,30 % em peso de β -ciclodextrina à bebida, dependendo da quantidade de emulsão de flavor adicionada à bebida. Uma pessoa de habilidade comum na técnica reconhecerá que o

excesso de β -ciclodextrina não complexada não precisará primeiro ser adicionado à emulsão de flavor, porém o excesso de β -ciclodextrina não complexada e uma emulsão de flavor formada de acordo com o Exemplo 31 podem ser adicionados simultaneamente a uma bebida.

5 EXEMPLO 34: ANÁLISE SENSORIAL DE LIMONADA COMPREENDENDO CITRAL ENCAPSULADO EM CICLODEXTRINA VS. LIMONADA CONTROLE

O citral encapsulado foi produzido de acordo com o método apresentado no Exemplo 18. O pó seco resultante incluindo o citral encapsulado em ciclodextrina foi misturado a seco com β -ciclodextrina adicional para obter uma % em peso de cerca de 1 % em peso de
10 citral na mistura de pó seco resultante (“mistura de citral-ciclodextrina/ciclodextrina”). A mistura de citral-ciclodextrina/ciclodextrina depois combinou-se com flavor de óleo de limão seco por pulverização padrão 073-00531 (32,0 partes) (Degussa Flavors & Fruit Systems) para formar uma composição de flavor. A composição de flavor foi adicionada a uma bebida com base de limonada em uma % em peso de cerca de 0,2 % em peso da mistura de pó seco
15 (isto é, citral encapsulado com β -ciclodextrina mais β -ciclodextrina adicional) para o peso total da bebida. A bebida com base de limonada incluiu 10,5 g da composição de flavor, 0,54 g de açúcar, 0,04 g de ácido cítrico, 0,13 g de benzoato de sódio, e 88,79 g de água. Isto forneceu 10 ppm de citral e cerca de 0,2 % em peso de β -ciclodextrina à bebida ácida. Esta bebida foi identificada como “CD” para a análise sensorial ilustrada nas FIGS. 16 e 17.

20 Uma primeira composição de flavor controle foi preparada combinando-se um citral seco por pulverização (citral natural, SAP N° 921565, Lote N° 10000223137, disponível da Citrus & Allied) e flavor de óleo de limão seco por pulverização 073-00531 (32,0 partes) (Degussa Flavors & Fruit Systems). As formas secas por pulverização dos sabores foram preparadas de acordo com procedimentos de secagem por pulverização padrão conhecidos
25 àqueles de habilidade comum na técnica. A primeira composição de flavor controle foi adicionada à mesma bebida com base de limonada conforme descrito acima para criar uma primeira limonada controle tendo um nível de flavor de citral de 10 ppm. Os resultados da análise sensorial comparando a primeira limonada controle com a bebida CD são mostrados na FIG. 16. A análise sensorial foi realizada depois que as bebidas foram armazenadas no
30 escuro a 43,3 graus C (110 graus F) durante 3 semanas para simular uma bebida envelhecida. A análise sensorial foi uma análise descritiva realizada por um painel sensorial treinado de seis provadores especialistas, usando um método consensual e padrões de referência. Conforme mostrado na FIG. 16, a bebida CD atingiu uma intensidade de flavor global similar, um flavor de “peely” similar, um flavor de limão fresco superior, e um flavor oleoso/ceráceo, oxidado, fenólico, acetofenônico e canforáceo inferior do que a primeira limonada controle. Esta análise sensorial ilustra a capacidade da ciclodextrina estabilizar o flavor
35 com nota importante, citral, e prevenir a formação de sabores com desvio de nota que dimi-

nuem o flavor de limão fresco de uma limonada.

Uma segunda composição de flavor controle foi preparada combinando-se uma emulsão de citral (citral natural, SAP N° 921565, Lote N° 10000223137, disponível da Citrus & Allied) e flavor de óleo de limão 073-00531 (Degussa Flavors & Fruit Systems). A emulsão foi preparada de acordo com procedimentos de emulsificação padrão conhecidos àqueles de habilidade comum na técnica. A segunda composição de flavor controle foi adicionada à mesma bebida com base de limonada conforme descrito acima para criar uma segunda limonada controle tendo um nível de flavor de citral de 10 ppm. Os resultados da análise sensorial comparando a segunda limonada controle com a bebida CD são mostrados na FIG. 17. A análise sensorial foi realizada depois que as bebidas foram armazenadas no escuro a 43,3 graus C (110 graus F) durante 3 semanas para simular uma bebida envelhecida. A análise sensorial foi uma análise descritiva realizada por um painel sensorial treinado de seis provadores especialistas, usando um método consensual e padrões de referência. Conforme mostrado na FIG. 17, a bebida CD atingiu uma intensidade de flavor global similar, um flavor de “peely” similar, um flavor de limão fresco superior, e um flavor oleoso/ceráceo, oxidado, fenólico, acetofenônico e canforáceo inferior do que a segunda limonada controle. Esta análise sensorial ilustra a capacidade da ciclodextrina estabilizar o flavor com nota importante, citral, e prevenir a formação de sabores com desvio de nota que diminuem o flavor de limão fresco de uma limonada. Conforme ilustrado, comparando-se as FIGS. 16 e 17, a segunda limonada controle atingiu níveis percebidos superiores de sabores oxidados e acetofenônicos do que a primeira limonada controle. Isto ocorreu, pois a segunda composição de flavor controle apresentou-se em uma forma líquida, que pode ter levado a uma degradação mais acelerada de flavor com notas importantes e formação de desvio de nota.

EXEMPLO 35: COMPLEXO DE INCLUSÃO DE CICLODEXTRINA COM β -CICLODEXTRINA E CITRAL, PECTINA COMO UM EMULSIFICADOR E GOMA XANTANA COMO UM ESPESSANTE, E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

Em um reator de 5 L, uma fórmula base de 86,25 g de β -ciclodextrina (β -ciclodextrina W7, disponível da Wacker), 1,70 g de pectina de beterraba (2 % em peso de pectina: β -ciclodextrina; pectina de beterraba XPQ EMP 4 disponível da Degussa - França), e 0,35 g de goma xantana (goma xantana KELTROL, disponível da CP Kelco SAP N° 15695) foram misturados a seco para formar uma mistura seca. 216,50 mL de água desionizada foram adicionados à mistura seca para formar uma pasta fluida ou mistura. O reator de 5 L foi ativado para aquecer e resfriar por intermédio de um aparelho de aquecimento e resfriamento de banho em água em escala laboratorial. A mistura foi agitada durante cerca de 30 min. 11,7 g de citral (citral natural, SAP N° 921565, Lote N° 10000223137, disponível da Citrus & Allied) foram adicionados. Esta formulação base foi dimensionada para produzir 2200 g. O reator foi vedado, e a mistura resultante foi agitada durante 4 horas a cerca de 55 a 60

graus C. A parte de resfriamento do aparelho laboratorial de aquecimento e resfriamento depois foi ligada, e a mistura foi agitada durante a noite a cerca de 5 a 10 graus C. A mistura depois foi seca por pulverização em um Niro Basic Lab Dryer (Niro Corp. Columbia, Maryland) tendo uma temperatura de entrada de aproximadamente 210 graus C e uma temperatura de saída de aproximadamente 105 graus C. Uma retenção percentual de cerca de 11,5 % em peso de citral no complexo de inclusão de ciclodextrina foi obtida.

EXEMPLO 36: COMPLEXO DE INCLUSÃO DE CICLODEXTRINA COM β -CICLODEXTRINA E ÓLEO DE LIMÃO 3X, PECTINA COMO UM EMULSIFICADOR E GOMA XANTANA COMO UM ESPESSANTE, E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

Em um reator de 5 L, uma formulação base de 92,95 g de β -ciclodextrina (β -ciclodextrina W7, disponível da Wacker), 1,8 g de pectina de beterraba (2 % em peso de pectina: β -ciclodextrina; pectina de beterraba XPQ EMP 4 disponível da Degussa - França), e 0,35 g de goma xantana (goma xantana KELTROL, disponível da CP Kelco SAP N° 15695) foram misturados a seco para formar uma mistura seca. 235,00 mL de água desionizada foram adicionados à mistura seca para formar uma pasta fluida ou mistura. O reator de 5 L foi ativado para aquecer e resfriar por intermédio de um aparelho de aquecimento e resfriamento de banho em água em escala laboratorial. A mistura foi agitada durante cerca de 30 min. 4,9 g de óleo de limão Califórnia 3X (disponível da Citrus & Allied) foram adicionados. A fórmula base foi ampliada para produzir 2200 g do produto. O reator foi vedado, e a mistura resultante foi agitada durante 4 horas a cerca de 55 a 60 graus C. A parte de resfriamento do aparelho laboratorial de aquecimento e resfriamento depois foi ligada, e a mistura foi agitada durante a noite a cerca de 5 a 10 graus C. A mistura depois foi seca por pulverização em um Niro Basic Lab Dryer (Niro Corp. Columbia, Maryland) tendo uma temperatura de entrada de aproximadamente 210 graus C e uma temperatura de saída de aproximadamente 105 graus C. Uma retenção percentual de cerca de 5 % em peso de óleo de limão 3X no complexo de inclusão de ciclodextrina foi obtida.

EXEMPLO 37: COMPARAÇÃO DA FORMAÇÃO DE DESVIO DE NOTA DA LIMONADA COMPREENDENDO CITRAL ENCAPSULADO EM CICLODEXTRINA, ÓLEO DE LIMÃO 3X ENCAPSULADO EM CICLODEXTRINA, E EXCESSO DE CICLODEXTRINA NÃO COMPLEXADA VS. UMA BEBIDA CONTROLE LIVRE DE CICLODEXTRINA

Uma base de limonada foi preparada combinando-se 89,79 g de água, 9,42 g de açúcar granulado, 0,04 g de citrato de sódio finamente granulado, e 0,50 g de ácido cítrico (anidro, fino). Um preservante não foi adicionado à bebida, porém a bebida foi submetida a uma pasteurização pelo processo de embalagem a quente (hot pack). Esta base foi dimensionada para produzir 8 L de bebida acabada.

Uma bebida identificada como "CD" foi formada compreendendo um complexo de

inclusão de citral-ciclodextrina formado de acordo com o Exemplo 35 (“citral-CD”) e um complexo de inclusão de óleo de limão 3X-ciclodextrina formado de acordo com o Exemplo 36 (“limão-CD”). Uma composição de flavor de “CD” foi preparada misturando-se a seco 32,00 g de óleo de limão seco por pulverização 073-00531 disponível da Degussa Flavors & Fruit System), 5,20 g de citral-CD (073-00339 disponível da Degussa Flavors & Fruit System), 3,20 g de limão-CD, e 59,60 g de excesso de β -ciclodextrina não complexada (β -ciclodextrina W7, disponível da Wacker). A composição de flavor de CD foi combinada até a uniformização e triada usando uma peneira de malha 30. A bebida CD depois foi preparada adicionando-se 0,25 g da composição de flavor de CD à base de limonada e embaladas em recipientes de P.E.T..

Uma composição de flavor controle foi preparada misturando-se a seco 32,00 g de óleo de limão seco por pulverização, 5,20 g de citral seco por pulverização, e 3,20 g de óleo de limão 3X seco por pulverização com 59,60 g de maltodextrina (todos pulverizados em maltodextrina (SAP Nº 15433 disponível da Tate & Lyle). Cada um dos sabores secos por pulverização foi seco por pulverização com maltodextrina de acordo com procedimentos de secagem por pulverização padrão conhecidos àqueles de habilidade comum na técnica. A composição de flavor controle apresentou-se completamente livre de ciclodextrina. Uma bebida controle (referida como “Desprotegida”) foi preparada adicionando-se 0,25 g da composição de flavor controle à base de limonada e embalada em recipientes de P.E.T..

A retenção de flavor e formação de desvio de nota da bebida CD foram comparadas àquelas da bebida controle. A quantidade de citral e desvio de notas foram determinados usando Microextração em Fase Sólida (SPME), que é uma técnica analítica de headspace que permite um alto grau de automação e sensibilidade com tempo de preparação de amostra mínimo. SPME tem a mesma sensibilidade de subpartes por milhão como as técnicas de extração e destilação líquido-líquido, porém não expõe a amostra a temperaturas extremas ou uso de grandes quantidades de solventes que podem adicionar contaminantes e que precisam ser removidos antes da análise. SPME usa uma montagem de fibra de 2 cm revestida com um polímero (StableFlex™ DVB/Carboxen™/PDMS 50/30 μ m, disponível da Supelco, Bellefonte, PA). A amostra analítica é colocada em um frasco de topo crimpado de 10 mL. Através da exposição da fibra ao headspace, que se apresenta acima da amostra analítica, os orgânicos são aprisionados no polímero até serem termicamente removidos pela porta de injeção de um cromatógrafo a gás (GC) ou GC acoplado ao espectrômetro de massas (um espectrômetro de massas por tempo de voo PEGASUS III foi usado neste estudo (GC/TOF-MS; disponível da LECO Corp., St. Joseph, Michigan). O GC foi um Agilent 6890 e a análise realizada em uma coluna DB-5 de 60 metros $\times$ 0,32 mm com uma película de espessura de 1 micron (disponível da Restek Bellefonte, PA). Os efeitos de concentração na ordem de 100.000 a 1.000.000 são facilmente obtidos. Neste estudo, 2 mL de cada a-

mostra foram colocados em um frasco de 10 mL, que foi regulado por um termostato a 50 graus C durante 10 min. e extraídos durante 15 min. para se obter sensibilidade de subpartes por milhão.

A retenção de flavor e o crescimento de desvio de nota total a 31,1 °C (88 °F) são mostrados para a bebida desprotegida e a bebida CD na FIG. 18. (A barra mais clara representa o perfil do flavor total (isto é, todos os componentes do flavor detectados), e a barra mais escura representa o crescimento de desvio de nota total para a bebida desprotegida e a bebida CD.) Conforme mostrado na FIG. 18, a bebida CD reteve um perfil de flavor significativamente maior do que a bebida desprotegida, e a bebida CD obteve formação de desvio de nota total visivelmente mais baixa do que a bebida desprotegida. A migração de flavor em materiais de embalagem é bem documentada na literatura e nas informações comerciais de empresas que fabricam embalagens. A prevenção ou mediação da migração de flavor é significativa e um benefício não esperado além da estabilidade do flavor. A formação de quatro tipos de desvios de notas foi medida com o passar do tempo (isto é, depois de 21 dias de armazenamento a 31,1 graus C (88 graus F), depois de 33 dias de armazenamento a 31,1 graus C (88 graus F), e depois de 42 dias de armazenamento a 31,1 graus C (88 graus F) em ambas as bebidas, e os resultados são mostrados na FIG. 19. Isto é, os quatro desvios de notas que foram analisados foram p-metilacetofenona, p-cimen-8-ol, menta-1,5-dien-8-ol 1 e menta-1,5-dien-8-ol 2. Conforme mostrado na FIG. 19, a bebida CD formou níveis mais baixos de todos os quatro desvios de notas do que a bebida desprotegida, e particularmente, formou níveis mais baixos de p-cimen-8-ol do que a bebida desprotegida. A escolha de desvio de notas a seguir se deu a partir do esquema detalhado na FIG. 7. Entretanto, a detecção de p-cresol por SPME torna-se muito difícil, devido a sua alta solubilidade em água, assim p-cresol é caracterizado por um painel sensorial. Veja, por exemplo, as FIGS. 16 e 17, onde p-cresol é incluído como um nota/atributo fenólico.

EXEMPLO 38: EFEITOS PROTETORES NO FENÔMENO DE “SUN-STRUCK” OFERECIDOS POR β -CICLODEXTRINA.

Para estudar outros efeitos protetores oferecidos pela incorporação de ciclodextrinas em bebidas, estudos preliminares no fenômeno de “Sun-Struck” (foto-oxidação) foram experimentados. Especificamente, a exposição ao sol experimentada por produtos comerciais foi estudada. Como no EXEMPLO 20, citral (citral natural, SAP Nº 921565, disponível da Citrus & Allied) foi diluído em etanol em um nível de 1,0 %. Duas bases de bebida simuladas foram preparadas: controle, 0,6 % de ácido cítrico em água e protegida, 0,6 % de ácido cítrico e 0,2 % de β -ciclodextrina em água. 1,0 % de citral em solução de etanol foi adicionado a cada base de bebida a 0,1 % (10 ppm de citral); ambas as bebidas simuladas estavam em frascos de suco de vidro e foram colocadas em uma janela laboratorial com exposição para o sudeste, as quais experimentaram luz solar forte durante 5 dias. Frascos duplicados de

cada bebida simulada foram colocados em um forno e mantidos a 43,3 graus C (110 graus F). Depois de 5 dias, cada frasco foi experimentado e analisado pelos mesmos métodos de headspace utilizados por toda a pesquisa (SPME). Os resultados são mostrados graficamente na FIG. 20. Muito pouca informação está disponível na foto-estabilidade do citral, entretanto, um exame do desvio de notas na amostra desprotegida mostra compostos e concentrações muito similares. Portanto, considera-se que uma via de reação similar está ativa na degradação térmica e fotocatalisada em meios ácidos (veja, por exemplo, a FIG. 7). Na FIG. 20, a amostra protegida (rotulada BCD) não mostra formação do desvio de nota intermediário reativo de p-menta-dien-8-ol em comparação à amostra desprotegida (rotulada CIT). Também é evidente que a formação de p-cimeno é muito reduzida no sistema protegido.

EXEMPLO 39: ESTABILIZAÇÃO DE TEOR DE CITRAL, COR E VITAMINA COM CICLODEXTRINA

A uma bebida fortificada com vitamina comercial (limonada multi-v GLACEAU (a-zinco) adquirida em um mercado local é adicionado 0,2 % em peso da “mistura de citral-ciclodextrina/ β -ciclodextrina” do Exemplo 18 e 0,01 % em peso de cor vermelho 40. A mistura é devolvida ao recipiente original e vedada. O frasco vedado é colocado em uma janela com face para o sul durante 5 a 6 semanas ou até que mudanças de cor sejam observadas.

EXEMPLO 40: ESTABILIZAÇÃO DE TEOR DE CITRAL, COR E VITAMINA COM CICLODEXTRINA

A uma bebida fortificada com vitamina comercial (limonada multi-v GLACEAU (a-zinco)) adquirida em um mercado local é adicionado 0,2 % em peso da “mistura de citral-ciclodextrina/ β -ciclodextrina HP” do Exemplo 19A e 0,01 % em peso de cor vermelho 40. A mistura é devolvida ao recipiente original e vedada. O frasco vedado é colocado em uma janela com face para o sul durante 5 a 6 semanas ou até que mudanças de cor sejam observadas. O excesso de bebida é armazenado refrigerado no vidro. Resultados são mostrados na Tabela 5 (Figura 31). Imagens visuais das bebidas engarrafadas são mostradas nas Figuras 21 a 23. Os frascos mostram que a cor vermelho 40 se degrada sob a exposição à luz. A estabilidade da cor é melhor com a hidroxilpropil- β -ciclodextrina.

EXEMPLO 40A: ESTABILIZAÇÃO DE CITRAL À LUZ SOLAR COM CICLODEXTRINA

Os produtos com citral encapsulados do Exemplo 19 foram estudados por exposição ao sol de verão durante 7 dias conforme no exemplo acima, porém com o objetivo de monitorar produtos térmicos e com foto-oxidação usando duas concentrações diferentes de ciclodextrinas. Demonstramos previamente que a foto-oxidação segue uma via de reação similar como a oxidação térmica em meios ácidos e proteção é fornecida usando β -ciclodextrina; tal informação é inexistente para hidroxipropil- β -ciclodextrina. Os complexos

de citral foram estudados em duas concentrações diferentes e foram designados para liberar um nível de citral constante quando usados a 0,1 % em peso ou 0,2 % em peso na base de bebida ácida consistindo de 10 % de sacarose e 0,5 % de ácido cítrico. 0,1 % em peso de citral em etanol foi usado como um controle. 500 mL de cada amostra foram preparados e divididos em amostras de 177,44 e 118,29 mL (seis (6) quatro (4) oz) com nenhum headspace permitido e vedadas. A análise foi realizada usando SPME e um GC/TOF-MS Pegasus III LECO conforme previamente relatado; amostras foram analisadas em triplicata usando um protocolo de amostragem "Latin Square". Resultados para desvio de notas típico são exibidos abaixo nas Figuras 24 a 26. Nenhum *p*- α -dimetilestireno foi detectado em qualquer bebida protegida com β -ciclodextrina.

EXEMPLO 41: COMPLEXO DE INCLUSÃO DE CICLODEXTRINA COM β -CICLODEXTRINA E FURANEOL, PECTINA COMO UM EMULSIFICADOR, E PROCESSO PARA FORMAR O MESMO

Sob pressão atmosférica, em um reator de 1 L, 200 g de β -ciclodextrina foram misturados a seco com 4,0 g de pectina de beterraba (2 % em peso de pectina: β -ciclodextrina; pectina de beterraba XPQ EMP 5 disponível da Degussa - França) para formar uma mistura seca. 500 g de água desionizada foram adicionados à mistura seca de β -ciclodextrina e pectina para formar uma pasta fluida ou mistura. O reator de 1 L foi ativado para aquecer e resfriar por intermédio de um aparelho de aquecimento e resfriamento de banho em água em escala laboratorial. A mistura foi aquecida a 50 graus C durante 0,5 horas e agitada. 150 g de furaneol natural 15 % (4-hidróxi-2,5-dimetil-3(2H)furanona) FEMA # 3174 em solução de etanol, disponível da Alfrebro, uma divisão da Cargill, Monroe, Ohio foram adicionados. O reator foi vedado, e a mistura resultante foi agitada durante 4 horas a cerca de 50 graus C. A parte de resfriamento do aparelho laboratorial de aquecimento e resfriamento depois foi ligada, e a mistura foi agitada durante a noite a cerca de 5 a 10 graus C. A mistura depois foi seca por pulverização em um secador por pulverização laboratorial B-191 BUCHI (disponível da Buchi, Suíça) tendo uma temperatura de entrada de aproximadamente 210 graus C e uma temperatura de saída de aproximadamente 105 graus C. Uma retenção percentual de 4,6 % em peso de furaneol (45,5 % de rendimento) no complexo de inclusão de ciclodextrina foi obtida.

EXEMPLO 42: COMPOSIÇÃO DE FLAVOR COMPREENDENDO FURANEOL ENCAPSULADO EM CICLODEXTRINA E EXCESSO DE CICLODEXTRINA NÃO COMPLEXADA

Furaneol encapsulado foi produzido de acordo com o método apresentado no Exemplo 41. O pó seco resultante incluindo a furaneol encapsulado em ciclodextrina é misturado a seco com β -ciclodextrina adicional para obter uma % em peso de cerca de 0,05 % em peso de furaneol na mistura de pó seco resultante ("mistura de furaneol-

ciclodextrina/ciclodextrina”). A mistura de furaneol-ciclodextrina/ciclodextrina é adicionada a uma bebida Cream Soda em uma % em peso de cerca de 0,2 % em peso da mistura de pó seco (isto é, furaneol encapsulado em β -ciclodextrina mais β -ciclodextrina adicional) para o peso total da bebida. Isto fornece 5 a 10 ppm de furaneol e cerca de 0,2 % em peso de β -ciclodextrina para a bebida ácida. Esta composição é intencionada a proteger o flavor tal como cis-3-hexenol, furaneol, vanilina, framboesa cetona iononas, etc; a cor, tal como VERMELHO 40, e prevenir a migração de flavor (e/ou) outros ingredientes no recipiente plástico.

EXEMPLO 43: COMPOSIÇÃO DE FLAVOR COMPREENDENDO FURANEOL ENCAPSULADO EM CICLODEXTRINA E EXCESSO DE CICLODEXTRINA DERIVATIZADA NÃO COMPLEXADA

Furaneol encapsulado foi produzido de acordo com o método apresentado no Exemplo 41. O pó seco resultante incluindo o furaneol encapsulado em ciclodextrina é misturado a seco com HP- β -ciclodextrina adicional para obter uma % em peso de cerca de 0,05 % em peso de furaneol na mistura de pó seco resultante (“mistura de furaneol-ciclodextrina/HP- β -ciclodextrina”). A mistura de furaneol-ciclodextrina/HP- β -ciclodextrina é adicionada a uma bebida Cream Soda em uma % em peso de cerca de 0,2 % em peso da mistura de pó seco (isto é, β -furaneol encapsulado em ciclodextrina mais β -ciclodextrina adicional) para o peso total da bebida. Isto fornece 5 a 10 ppm de furaneol e cerca de 0,2 % em peso de β -ciclodextrina para a bebida ácida. Esta composição é intencionada a proteger o flavor tal como cis-3-hexenol, furaneol, vanilina, framboesa cetona iononas, etc; a cor, tal como VERMELHO 40, e prevenir a migração de flavor (e/ou) outros ingredientes no recipiente plástico.

EXEMPLO 44: MEDIÇÕES ANALÍTICAS

Um perfil analítico inicial é gerado para as formulações nos Exemplos 39, 40, 42 e 43. 2 mL de uma amostra são retirados do recipiente para a análise de headspace conforme detalhado no Exemplo 37 (embora compostos de flavor diferentes e desvio de notas sejam analisados). Concentrações de Vanilina e Vermelho 40 serão monitoradas por HPLC com detecção de UV.

EXEMPLO 45: FORMAÇÃO DE COMPLEXOS DE INCLUSÃO DE CICLODEXTRINA DE PARTÍCULA GRANDE COM ÁCIDO ARAQUIDÔNICO (40 %)

Em um misturador industrial, (Kitchen Aid Prolinea, Kitchen Aid, St. Joseph, Michigan), equipado dentro de uma câmara de atmosfera inerte (glove bag) para fornecer uma atmosfera inerte, 1000,0000 g de β -ciclodextrina foram misturados em velocidade baixa durante 30 minutos com 800,0000 g de água destilada e 20,00 g de pectina de beterraba (2,0 % em peso de pectina, pectina de beterraba XPQ EMP 4 disponível da Degussa - França) para formar uma pasta em uma mistura de massa. A mistura foi misturada em velocidade

alta durante 2 minutos para remover qualquer ar dissolvido remanescente. 300,0000 g de ácido araquidônico (40 %) (Cargill, Mineápolis, MN) foram adicionados lentamente enquanto misturando durante 90 minutos.

5 A mistura foi transferida para dois recipientes para secagem a vácuo. O processo total foi realizado sob uma atmosfera de nitrogênio. A mistura secou a 79 °C e 0,1 torr durante 9 horas. O produto resultante foi um pó fino com retenção de ARA de 36 % em peso; óleos superficiais não foram observados.

EXEMPLO 46: USO EM FÓRMULAS INFANTIS

10 Um ácido araquidônico encapsulado em ciclodextrina produzido de acordo com o Exemplo 45 é incorporado em uma fórmula infantil.

Todas as patentes, publicações e referências citadas neste relatório são integralmente incorporadas como referência. Em caso de conflito entre a presente divulgação e as patentes, publicações e referências incorporadas, a presente divulgação deve prevalecer.

REIVINDICAÇÕES

1. Produto compreendendo um adventício complexado com uma ciclodextrina e um produto com degradação de adventício, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o produto tem uma razão de adventício para produto com degradação de adventício de pelo menos cerca de 5:1 quando armazenado durante pelo menos cerca de 30 dias em uma temperatura de pelo menos cerca de 31,1 °C (88 °F).

2. Produto, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a razão de adventício para produto com degradação de adventício é pelo menos cerca de 10:1 quando armazenado durante pelo menos cerca de 30 dias em uma temperatura de pelo menos cerca de 31,1 °C (88 °F).

3. Produto, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a razão de adventício para produto com degradação de adventício é pelo menos cerca de 5:1 quando armazenado durante pelo menos cerca de 60 dias em uma temperatura de pelo menos cerca de 31,1 °C (88 °F).

4. Produto, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a razão de adventício para produto com degradação de adventício é pelo menos cerca de 5:1 quando armazenado durante pelo menos cerca de 90 dias em uma temperatura de pelo menos cerca de 31,1 °C (88 °F).

5. Produto compreendendo um adventício complexado com uma ciclodextrina, **CARACTERIZADO** pelo fato de que uma concentração de um adventício no produto diminui por não mais do que cerca de 25 %, quando armazenado durante cerca de 30 dias em uma temperatura de pelo menos cerca de 31,1 °C (88 °F).

6. Produto, de acordo com a reivindicação 5, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a concentração diminui por não mais do que cerca de 45 %, quando armazenado durante cerca de 30 dias em uma temperatura de pelo menos cerca de 31,1 °C (88 °F).

7. Produto, de acordo com a reivindicação 5, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a concentração diminui por não mais do que cerca de 25 %, quando armazenado durante cerca de 90 dias em uma temperatura de pelo menos cerca de 31,1 °C (88 °F).

8. Produto compreendendo um adventício complexado com uma ciclodextrina, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o adventício diminui em concentração durante um período de tempo, e em que a diminuição em concentração do adventício no produto depois de cerca de 30 dias é menor do que a diminuição em concentração do adventício em um controle.

9. Produto compreendendo um adventício complexado com uma ciclodextrina e um produto com degradação de adventício, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o produto com degradação de adventício está presente em uma concentração depois de cerca de 30 dias que é menor do que uma concentração do produto com degradação de adventício em um

controle depois de cerca de 30 dias.

10. Produto compreendendo um adventício complexado com uma ciclodextrina e um produto com degradação de adventício, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a formação do produto com degradação de adventício é reduzida por pelo menos cerca de 200 % em
5 comparação à formação de um produto com degradação de adventício em um controle.

11. Produto, de acordo com a reivindicação 10, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a formação do produto com degradação de adventício é reduzida por pelo menos cerca de 500 % em comparação à formação de um produto com degradação de adventício em um controle.

10 12. Produto compreendendo um ácido graxo poliinsaturado e uma ciclodextrina, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o ácido graxo poliinsaturado é complexado à ciclodextrina.

13. Produto, de acordo com a reivindicação 12, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o ácido graxo poliinsaturado é um ácido graxo omega-3.

15 14. Produto, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 13, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a ciclodextrina compreende uma β -ciclodextrina.

15. Produto, de acordo com a reivindicação 14, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a β -ciclodextrina compreende uma β -ciclodextrina substituída.

20 16. Produto, de acordo com a reivindicação 15, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a β -ciclodextrina substituída compreende uma hidroxipropil- β -ciclodextrina.

17. Produto, de acordo com a reivindicação 16, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a β -ciclodextrina compreende uma mistura de hidroxipropil- β -ciclodextrina e β -ciclodextrina.

25 18. Produto, de acordo com a reivindicação 17, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a hidroxipropil- β -ciclodextrina e β -ciclodextrina estão presentes em uma razão de cerca de 2:1 a cerca de 1:30.

19. Produto, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 18, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o produto contém excesso de ciclodextrina.

30 20. Produto, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 11 e de 13 a 19, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o adventício compreende um flavor.

21. Produto, de acordo com a reivindicação 20, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o flavor compreende citral.

22. Produto, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 11 e de 13 a 19, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o adventício compreende um agente corante.

35 23. Produto, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 11 e de 13 a 19, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o adventício compreende um produto nutracêutico.

24. Produto, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 23,

CARACTERIZADO pelo fato de que o produto é uma bebida.

25. Produto, de acordo com a reivindicação 24, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a bebida é uma bebida carbonatada.

26. Produto, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 23, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o produto é um produto alimentício.

27. Produto, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 26, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a ciclodextrina está presente em uma quantidade de cerca de 0,05 % em peso a cerca de 0,50 % em peso.

28. Produto, de acordo com a reivindicação 27, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a ciclodextrina está presente em uma quantidade de cerca de 0,2 % em peso.

29. Produto, de acordo com a reivindicação 27, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a ciclodextrina está presente em uma quantidade de cerca de 0,1 % em peso.

30. Produto, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 18 e de 20 a 29, **CARACTERIZADO** pelo fato de que uma razão ciclodextrina:adventício é de cerca de 1:1.

31. Produto, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 29, **CARACTERIZADO** pelo fato de que uma razão ciclodextrina:adventício é maior do que cerca de 1:1.

32. Método para reduzir a degradação de um adventício em um produto com o passar do tempo compreendendo adicionar um adventício complexado com uma ciclodextrina ao produto, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o adventício é complexado com a ciclodextrina na presença em um emulsificador e em que a degradação do adventício é reduzida por cerca de 25 % devido à complexação do adventício com a ciclodextrina em comparação a um controle.

33. Método, de acordo com a reivindicação 32, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a degradação do adventício é devido à exposição à luz.

34. Método para reduzir uma diminuição em concentração de um adventício em um produto com o passar do tempo compreendendo adicionar um adventício complexado com uma ciclodextrina ao produto, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a diminuição em concentração do adventício é reduzida por pelo menos cerca de 25 % devido à complexação do adventício com uma ciclodextrina em comparação a um controle.

35. Método, de acordo com a reivindicação 34, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a degradação do adventício é devido à exposição à luz.

36. Método para aperfeiçoar a estabilidade do flavor de um produto quando exposto à luz compreendendo adicionar um adventício complexado com uma ciclodextrina ao produto, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a estabilidade do flavor é aperfeiçoada por pelo menos cerca de 25 % em comparação a um controle.

37. Método, de acordo com a reivindicação 36, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a estabilidade do flavor é aperfeiçoada por pelo menos cerca de 45 % em comparação a um controle.

5 38. Método para fabricar um produto contendo ácidos graxos poliinsaturados **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende misturar ácidos graxos poliinsaturados não complexados e uma ciclodextrina para formar um complexo; e adicionar o complexo ao produto.

10 39. Método, de acordo com a reivindicação 38, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o ácido graxo poliinsaturado é complexado com a ciclodextrina na presença de um emulsificador.

40. Método, de acordo com as reivindicações 32 a 37, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o adventício é complexado com a ciclodextrina na presença de um emulsificador.

41. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 32 a 40, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a ciclodextrina compreende uma β -ciclodextrina.

15 42. Método, de acordo com a reivindicação 41, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a β -ciclodextrina compreende uma β -ciclodextrina substituída.

43. Método, de acordo com a reivindicação 42, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a β -ciclodextrina substituída compreende uma hidroxipropil- β -ciclodextrina.

20 44. Método, de acordo com a reivindicação 41, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a β -ciclodextrina compreende uma mistura de hidroxipropil- β -ciclodextrina e β -ciclodextrina.

45. Método, de acordo com a reivindicação 44, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a hidroxipropil- β -ciclodextrina e β -ciclodextrina estão presentes em uma razão de cerca de 2:1 a cerca de 1:30.

25 46. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 32 a 45, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o produto contém excesso de ciclodextrina.

47. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 32 a 45, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o adventício compreende um flavor.

48. Método, de acordo com a reivindicação 47, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o flavor compreende citral.

30 49. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 32 a 46, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o adventício compreende um agente corante.

50. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 32 a 46, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o adventício compreende um produto nutracêutico.

35 51. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 32 a 50, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o produto é uma bebida.

52. Método, de acordo com a reivindicação 51, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a bebida é uma bebida carbonatada.

53. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 32 a 50, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o produto é um produto alimentício.

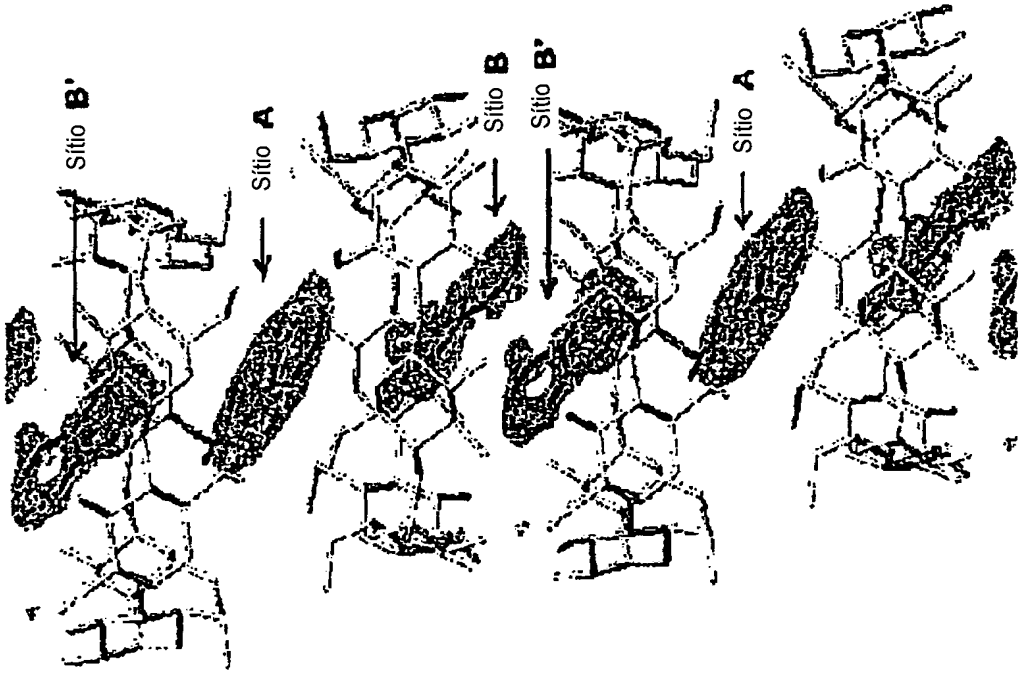
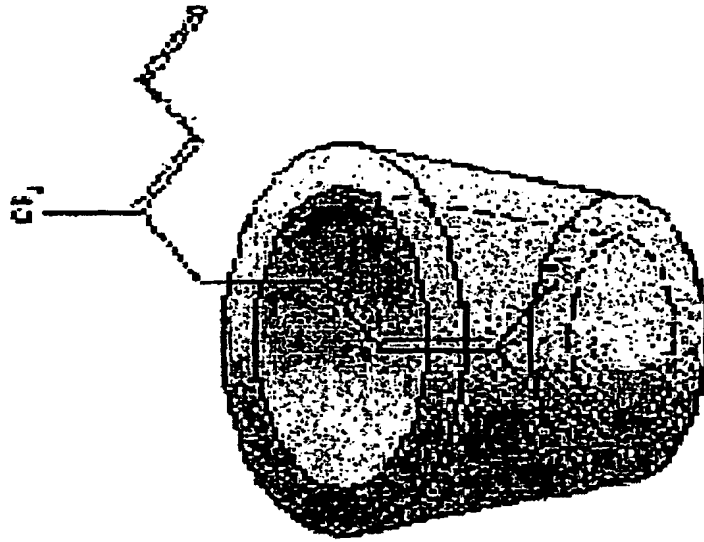
54. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 32 a 53, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a ciclodextrina está presente em uma quantidade de
5 cerca de 0,05 % em peso a cerca de 0,50 % em peso.

55. Método, de acordo com a reivindicação 54, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a ciclodextrina está presente em uma quantidade de cerca de 0,2 % em peso.

56. Método, de acordo com a reivindicação 54, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a ciclodextrina está presente em uma quantidade de cerca de 0,1 % em peso.

10 57. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 32 a 45 e de 47 a 56, **CARACTERIZADO** pelo fato de que uma razão ciclodextrina:adventício é de cerca de 1:1.

15 58. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 32 a 56, **CARACTERIZADO** pelo fato de que uma razão ciclodextrina:adventício é maior do que cerca de 1:1.

**FIG. 2****FIG. 1**

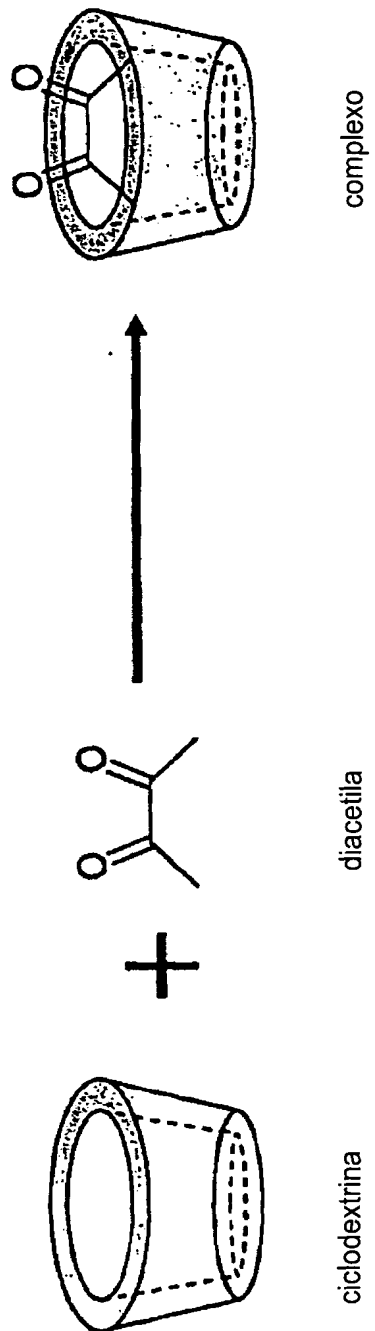
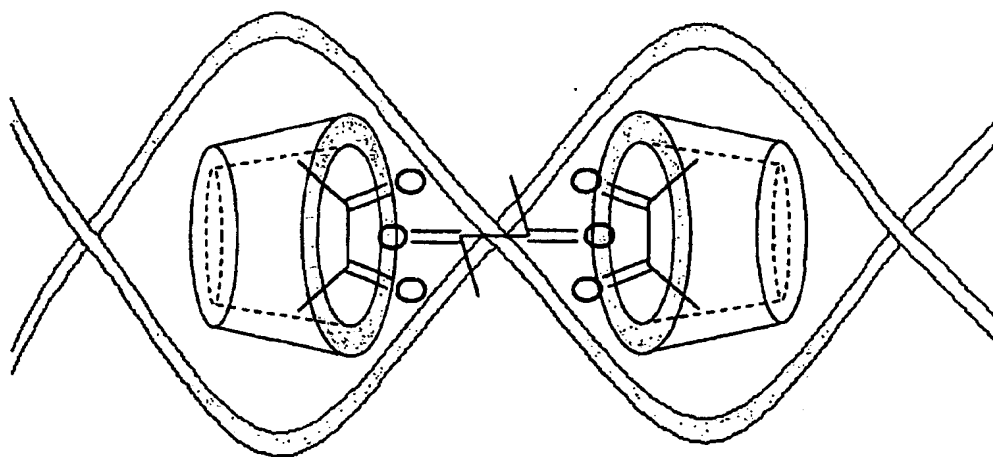


FIG. 3

**FIG. 4**

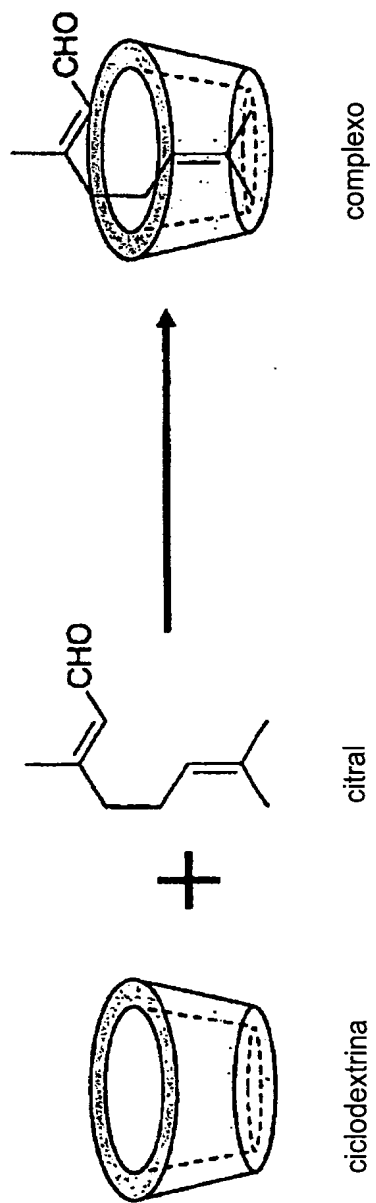


FIG. 5

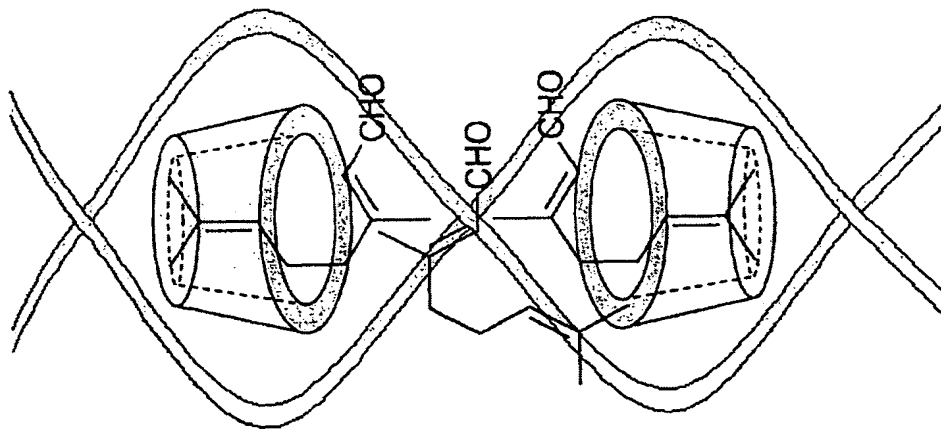
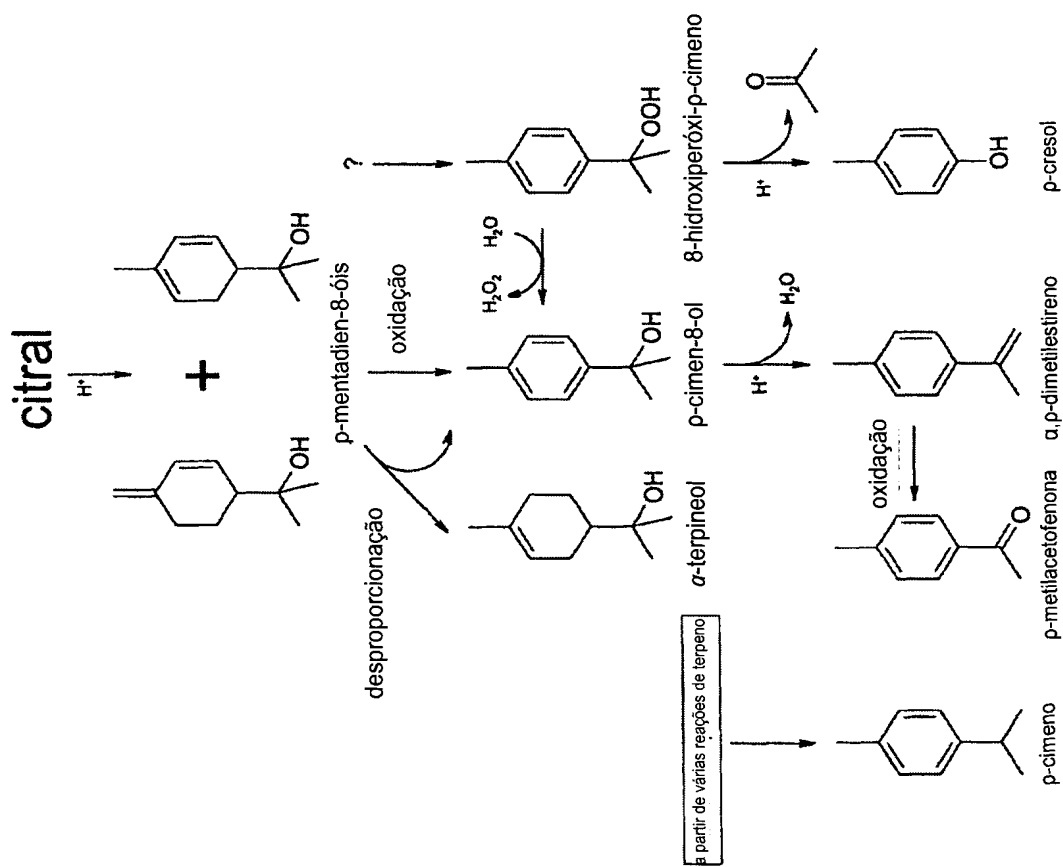


FIG. 6



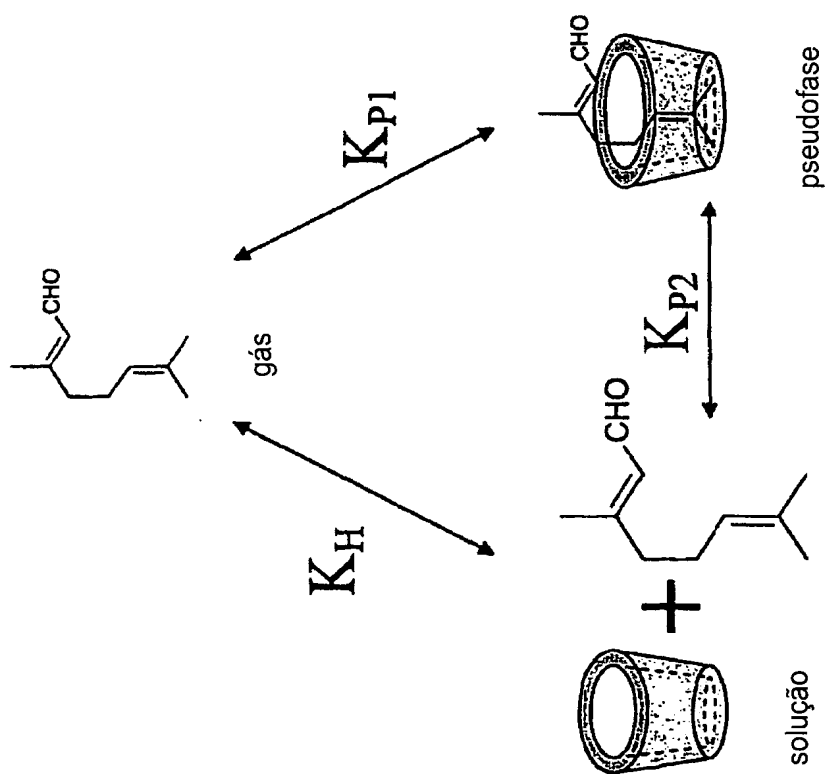
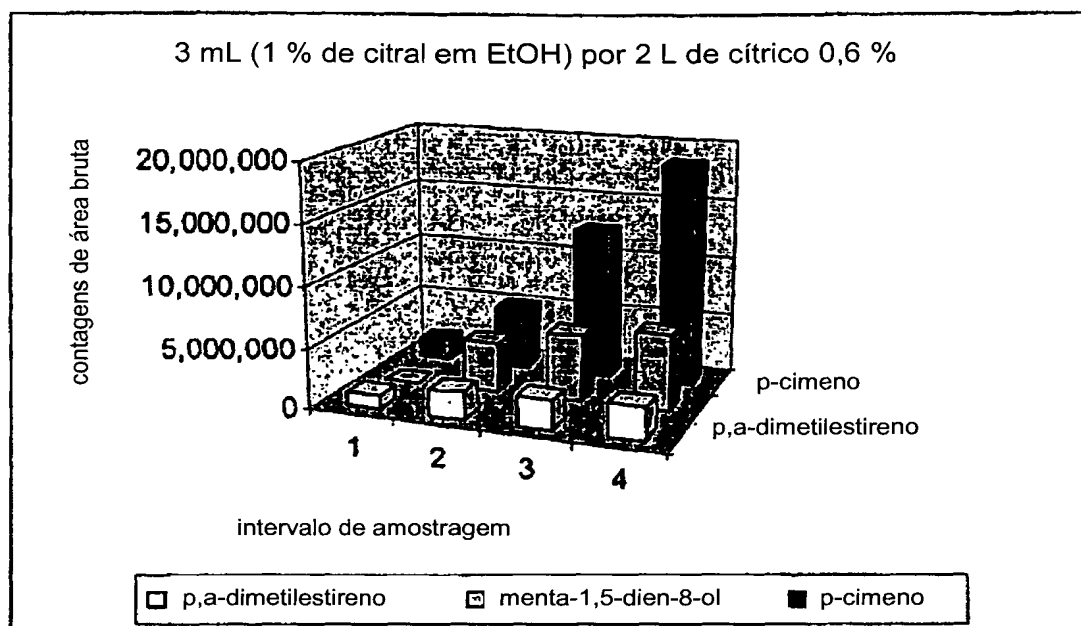
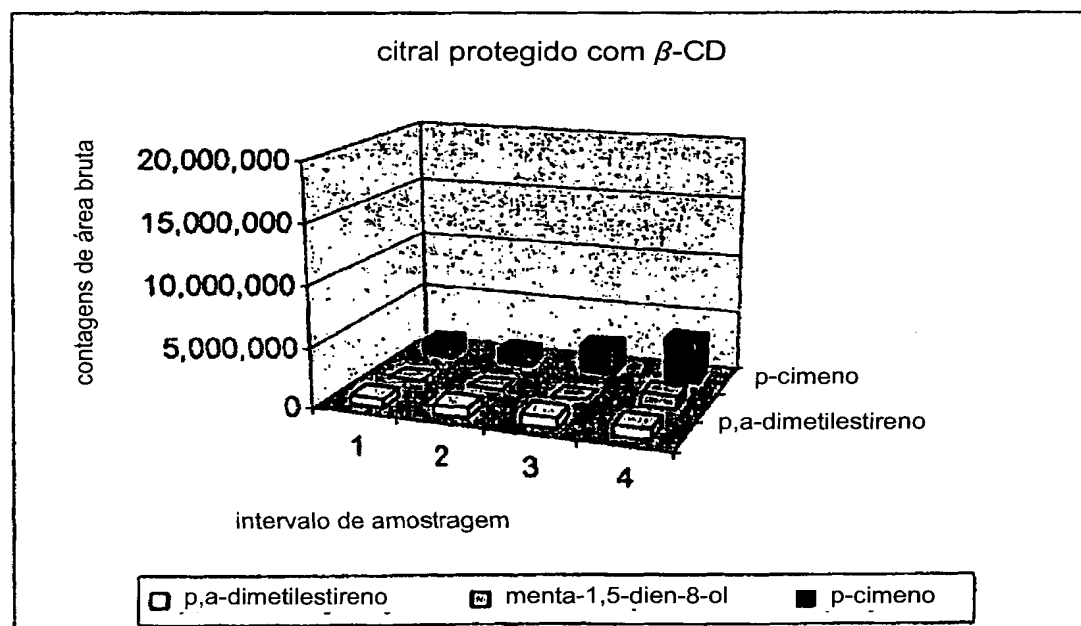
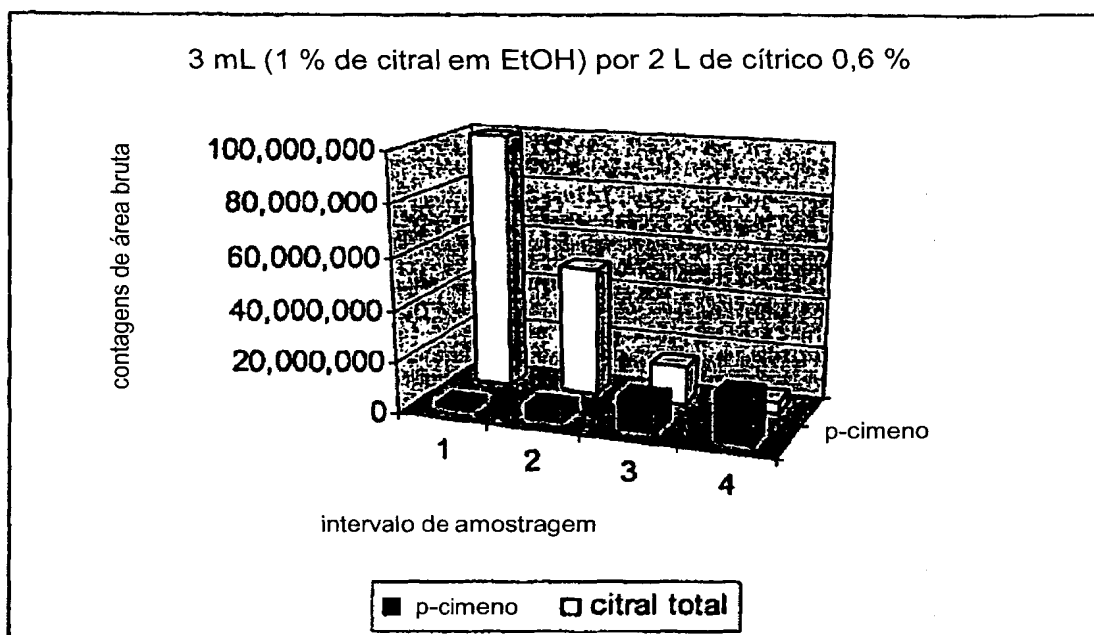
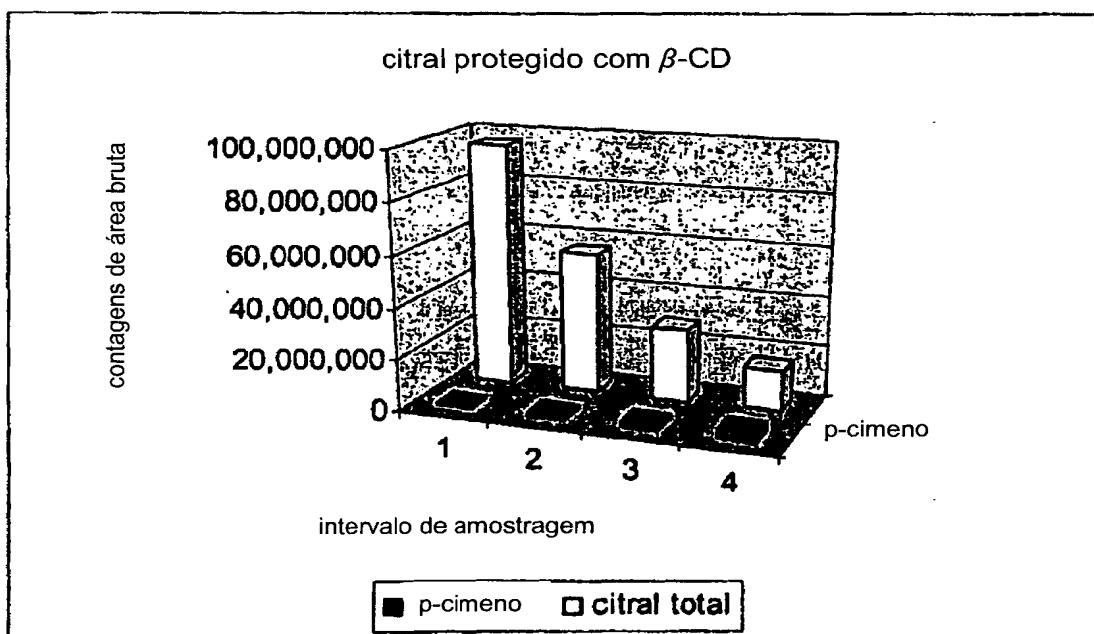


FIG. 7A

**FIG. 8****FIG. 9**

**FIG. 10****FIG. 11**

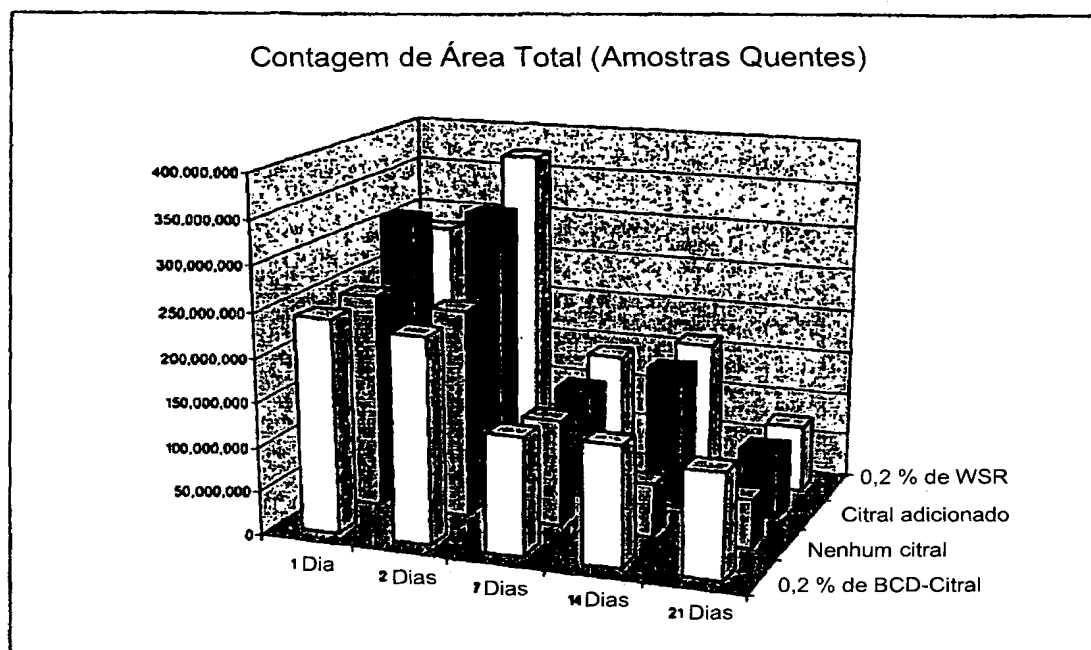


FIG. 12

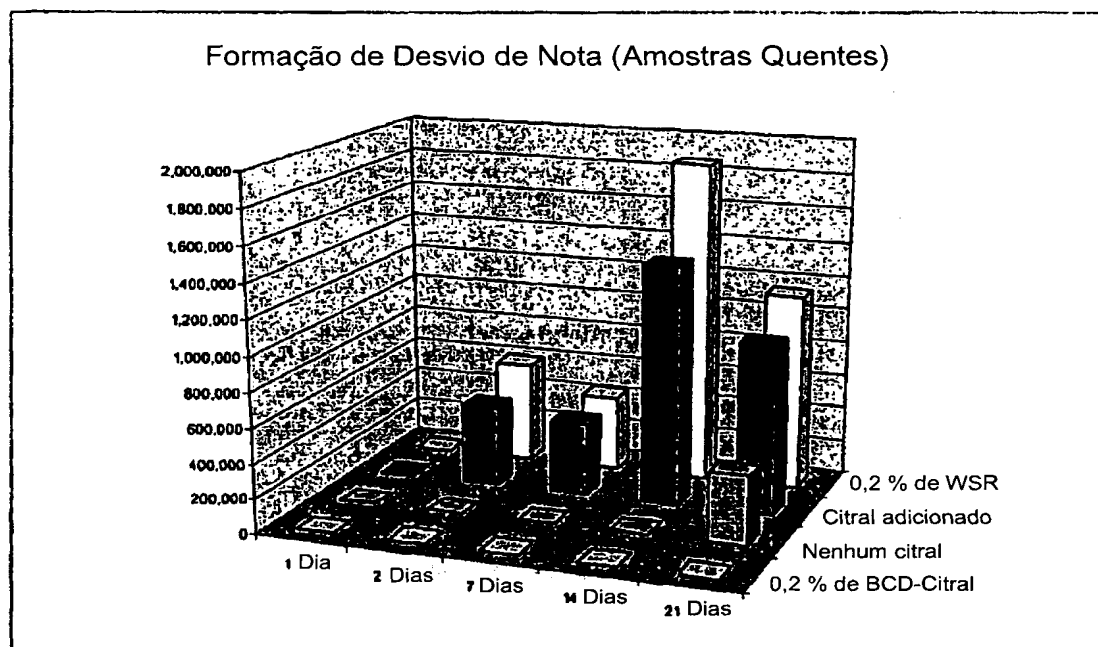


FIG. 13

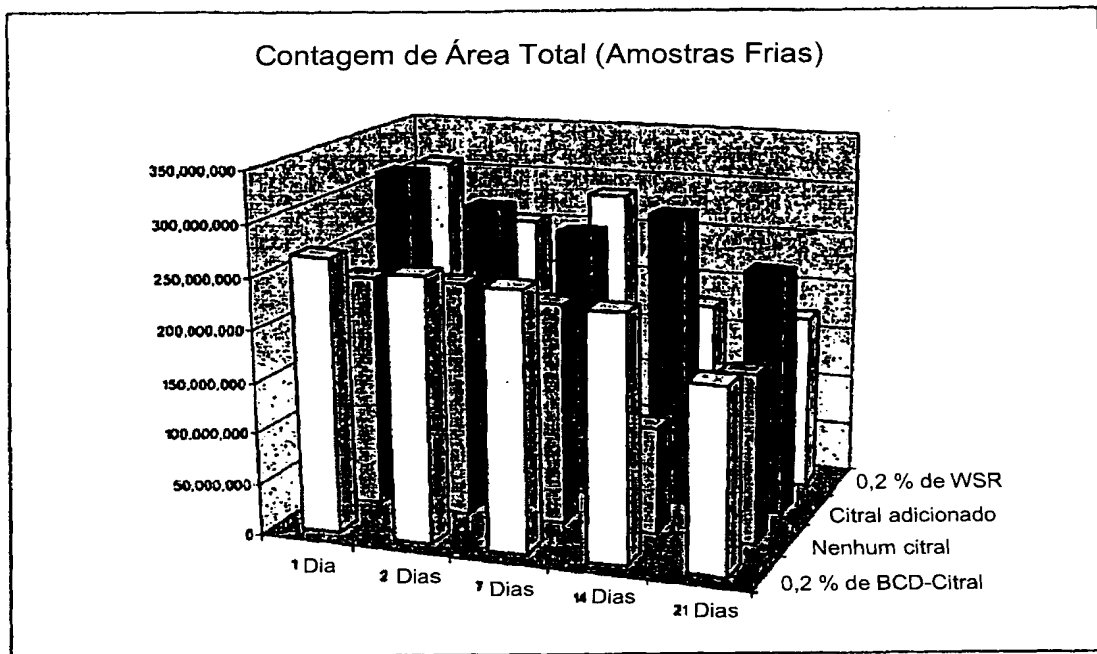


FIG. 14

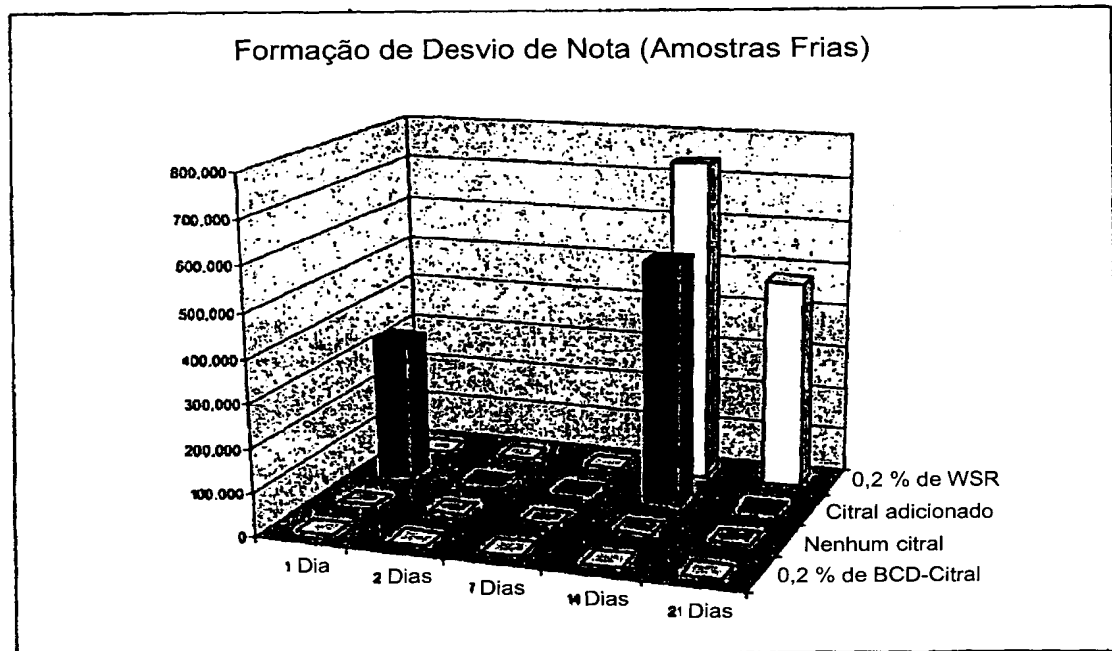
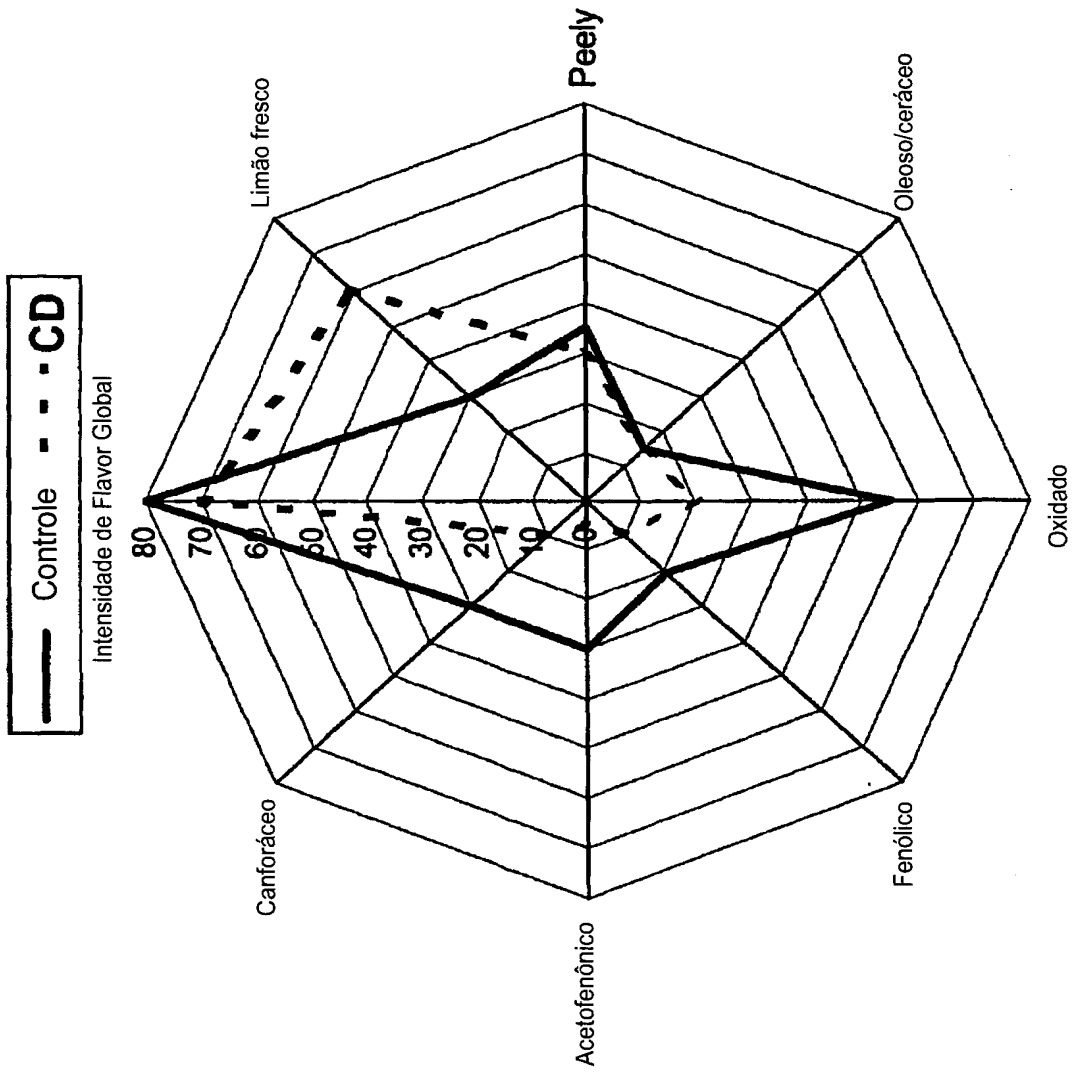
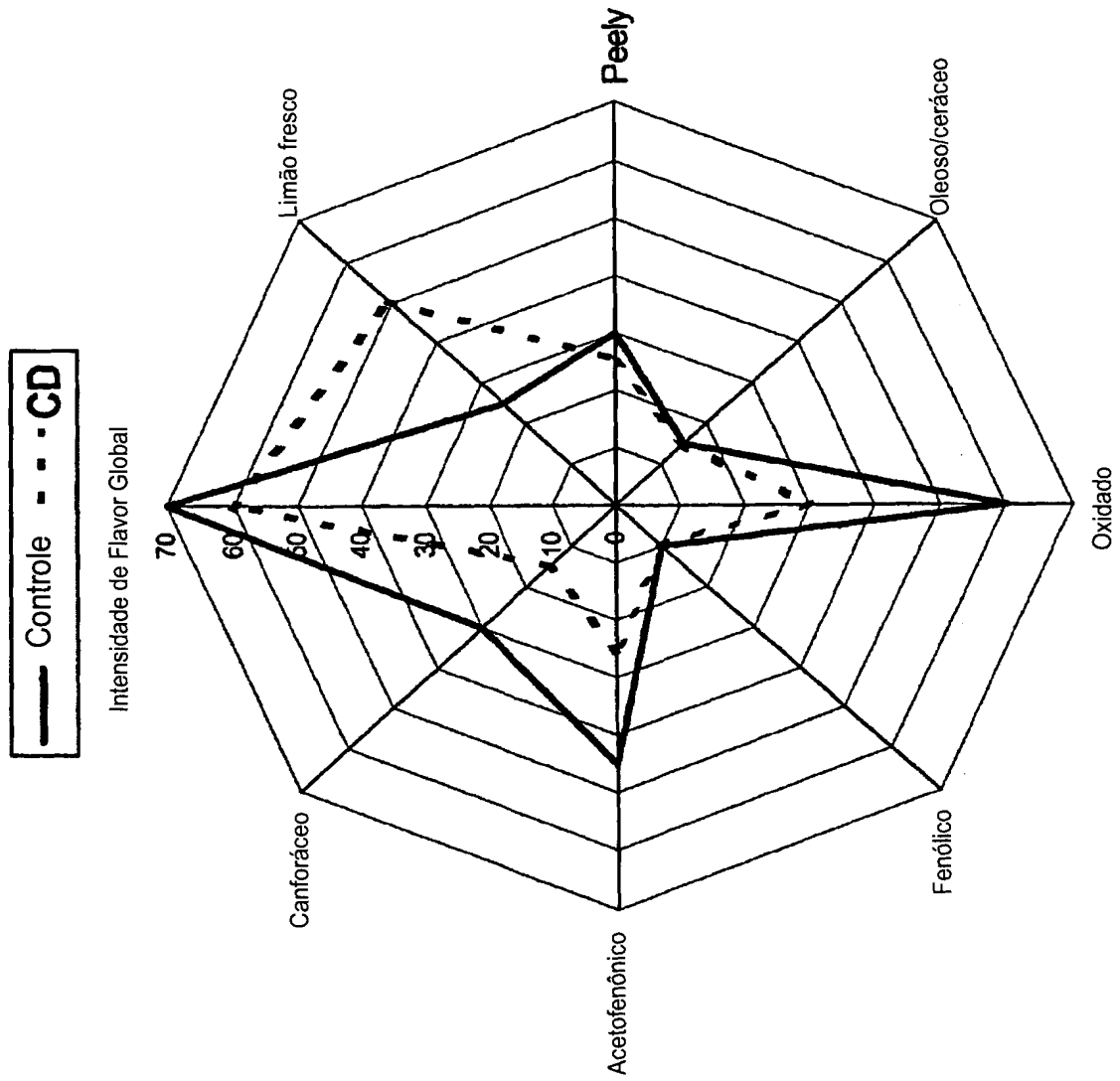


FIG. 15

**FIG. 16**

**FIG. 17**

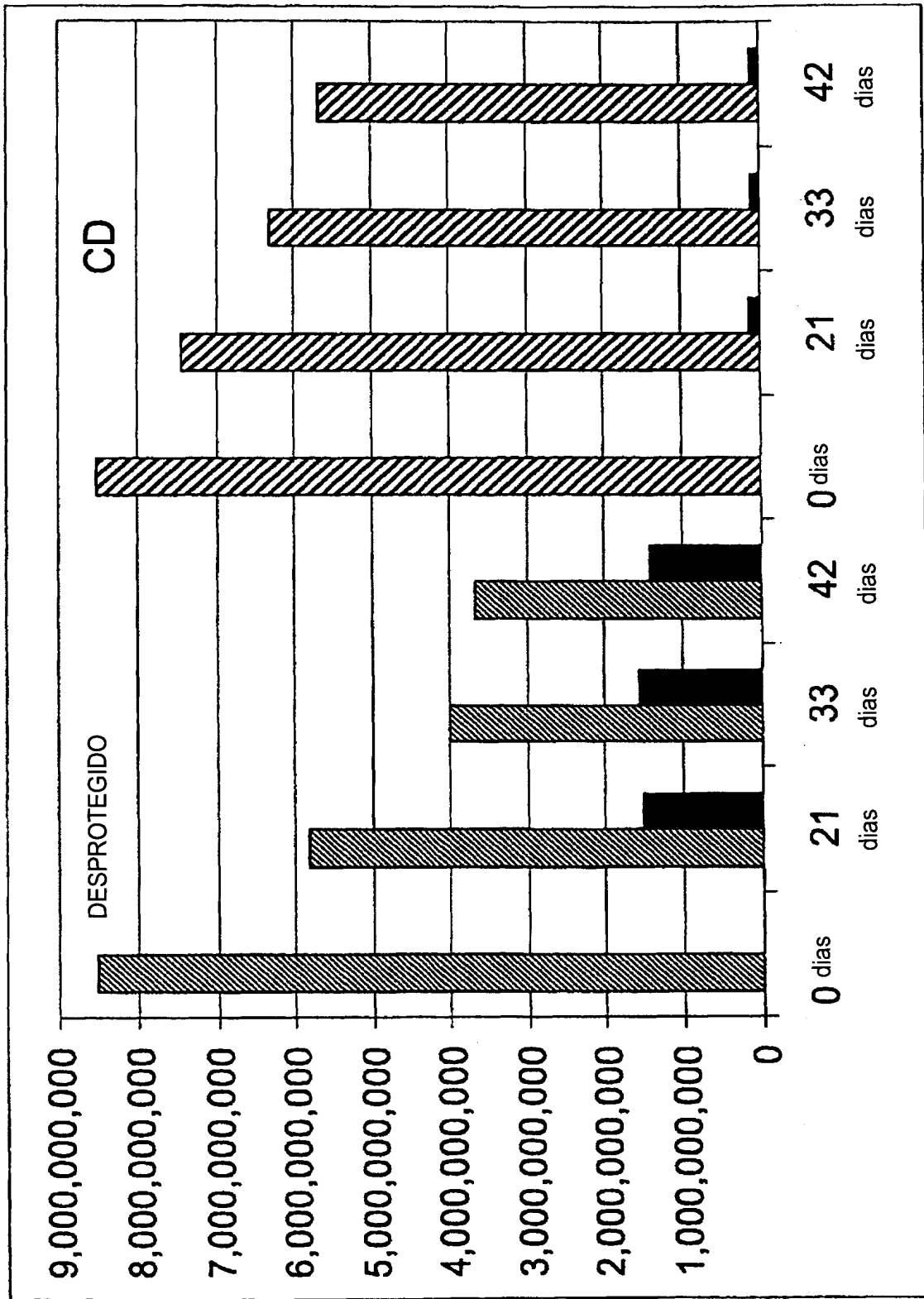


FIG. 18

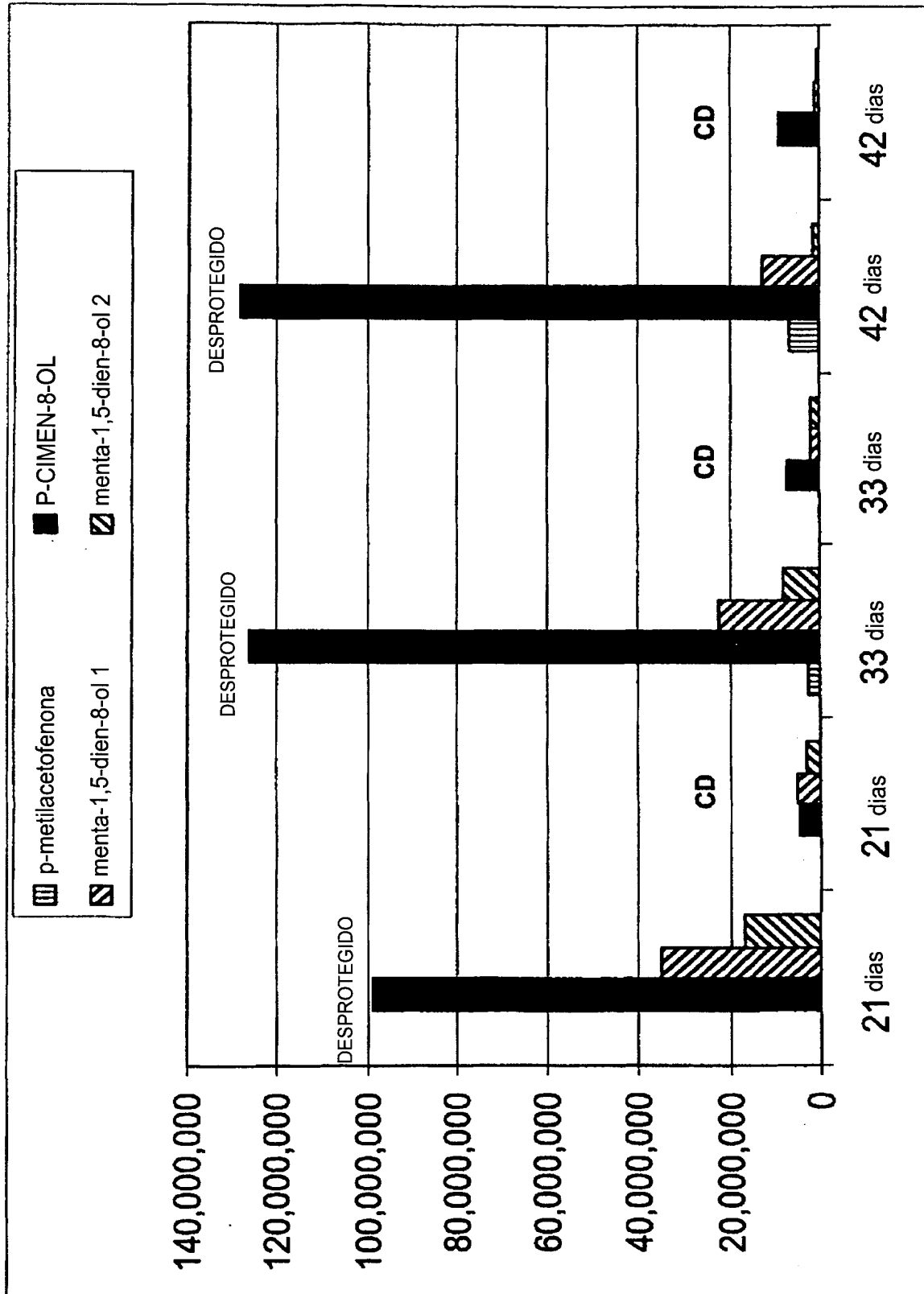


FIG. 19

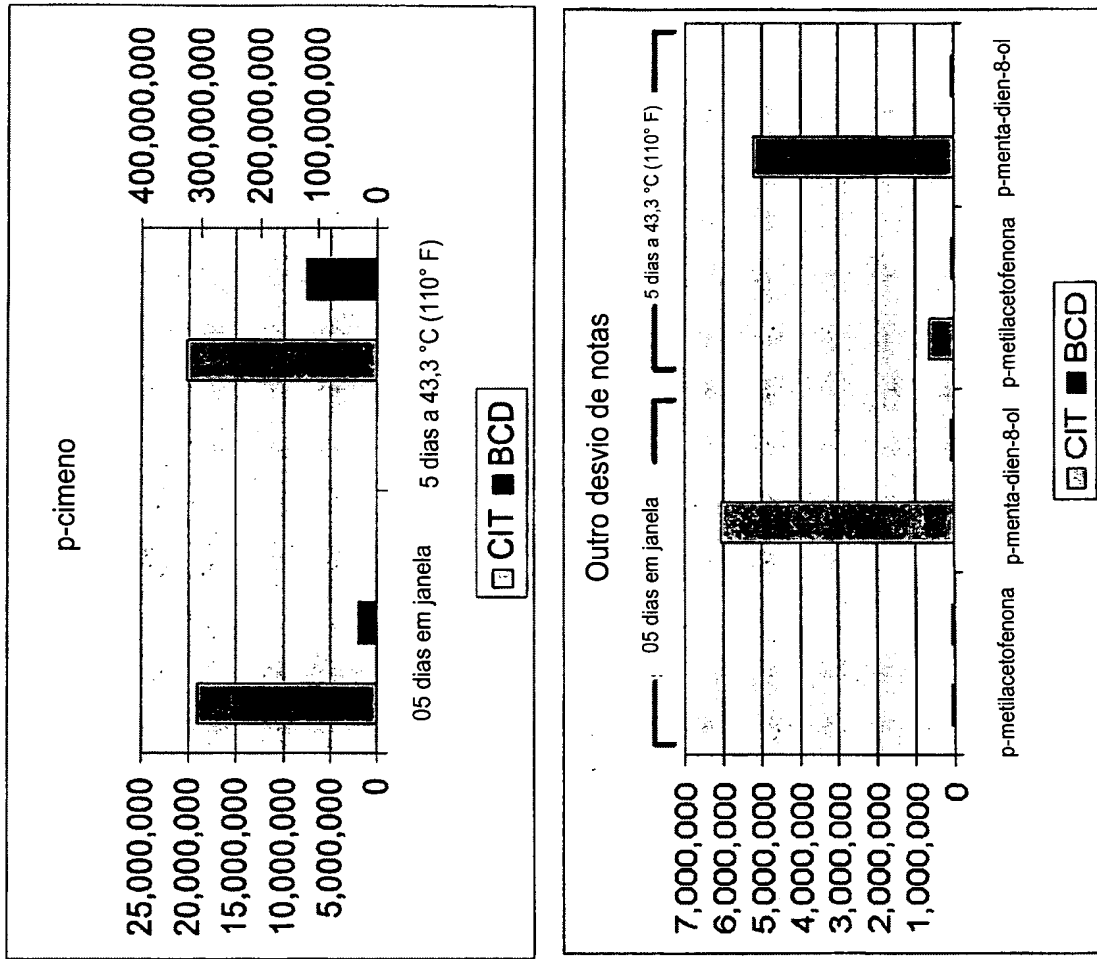


FIG. 20

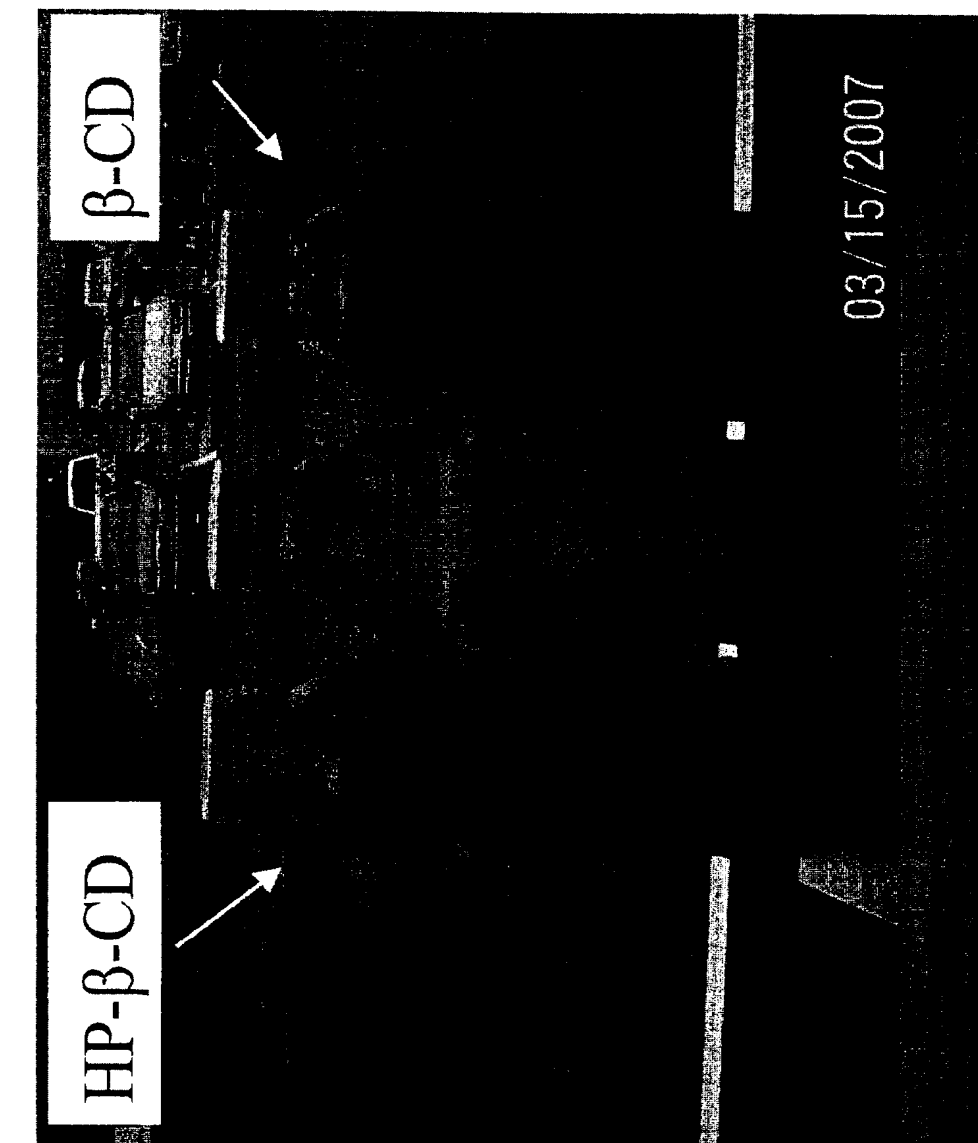
**FIG. 21**

FIG. 22

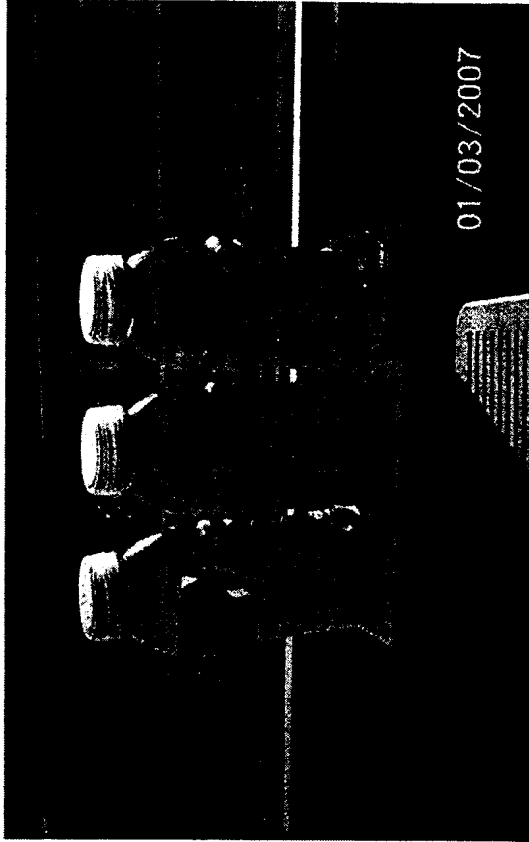
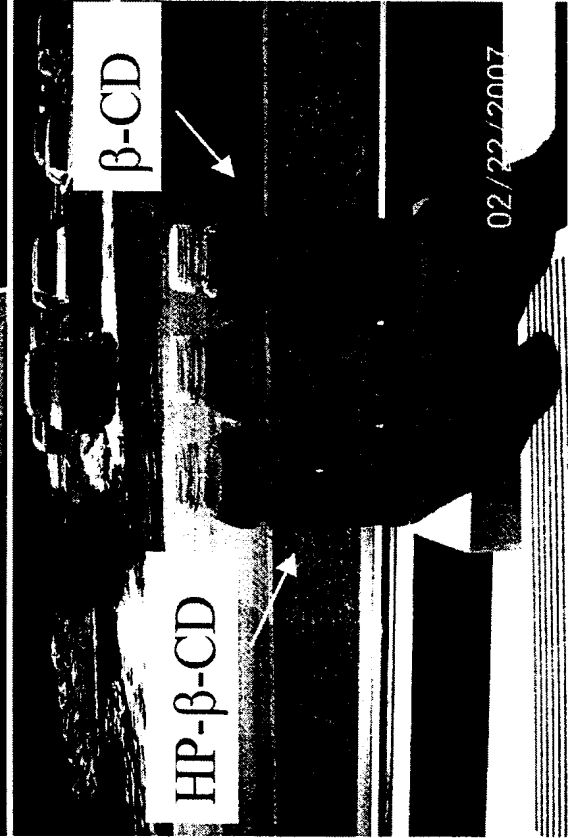
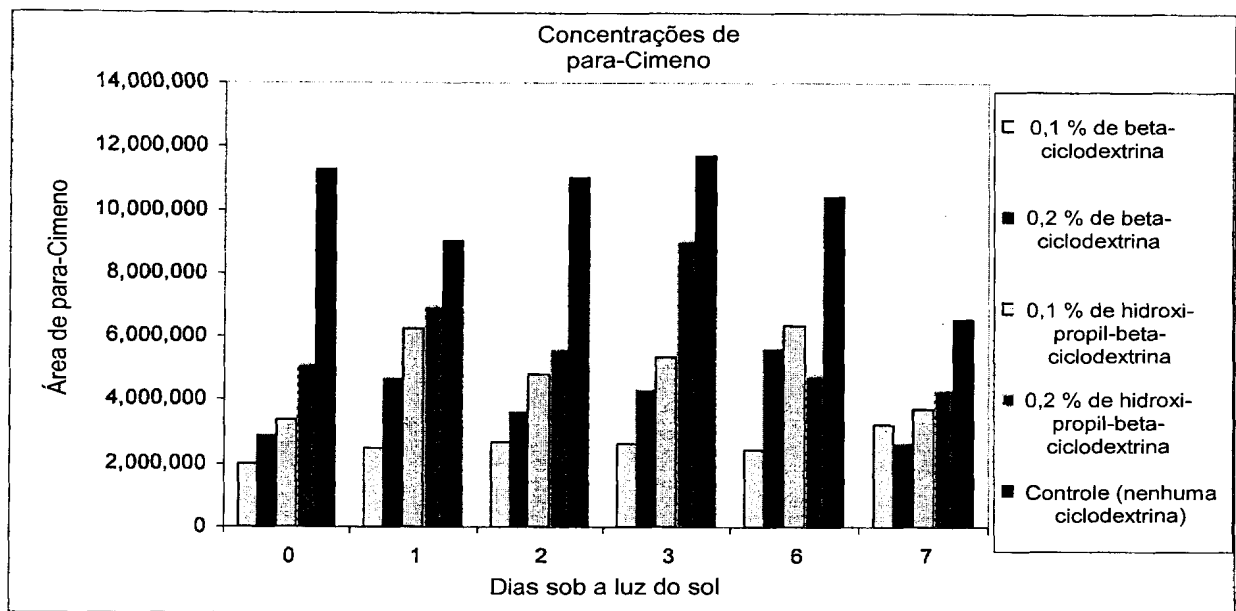
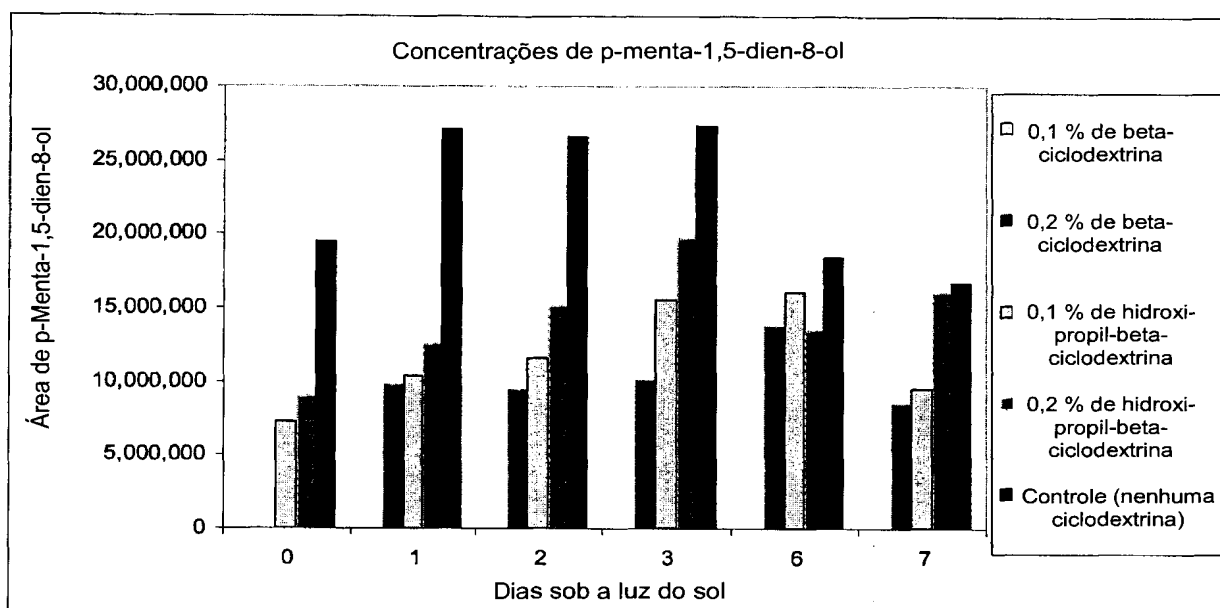


FIG. 23



**FIG. 24**

**FIG. 25**

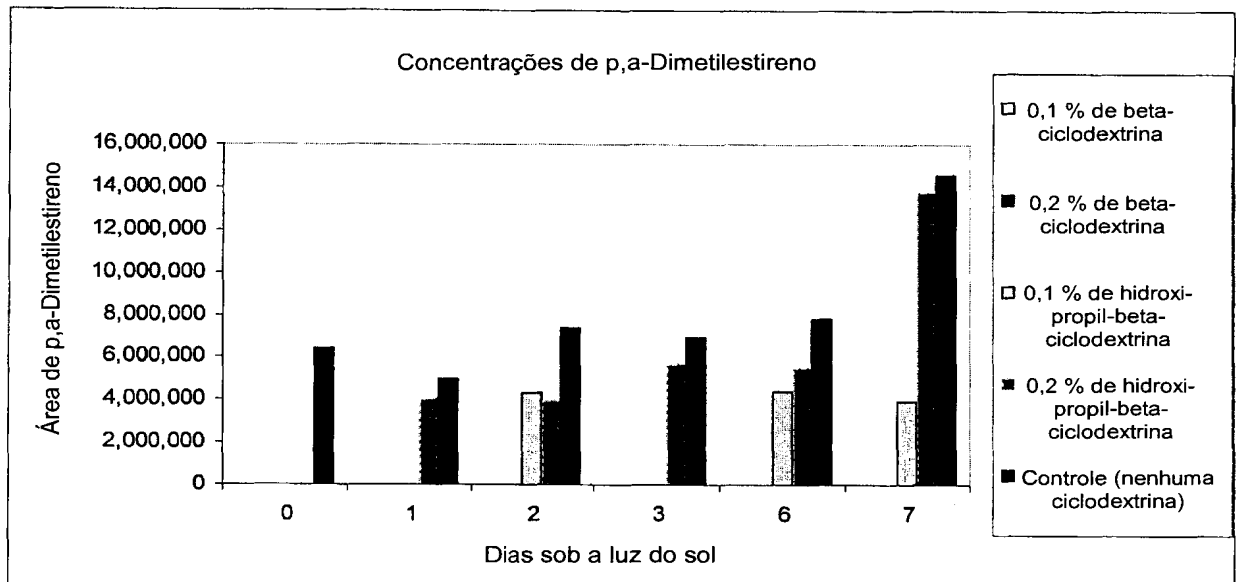
**FIG. 26**

Tabela 1. Valores de log (P) para uma variedade de adventícios

Material	CAS#	Log P ¹	peso molecular
creatina	57-00-1	-3,72	131
prolina	147-85-3	-2,15	115
diacetila	431-03-8	-1,34	86
metanol	67-56-1	-0,74	32
etanol	64-17-5	-0,30	46
acetona	67-64-1	-0,24	58
maltol	118-71-8	-0,19	126
lactato de etila	97-64-3	-0,18	118
ácido acético	64-19-7	-0,17	60
acetaldeído	75-07-0	-0,17	44
aspartame	22839-47-0	0,07	294
levulinato de etila	539-88-8	0,29	144
etil maltol	4940-11-8	0,30	140
furaneol	3658-77-3	0,82	128
sulfeto de dimetila	75-18-3	0,92	62
vanilina	121-33-5	1,05	152
álcool benzílico	100-51-6	1,05	108
cetona de framboesa	5471-51-2	1,48	164
benzaldeído	100-52-7	1,48	106
etil vanilina	121-32-4	1,50	166
álcool fenetílico	60-12-8	1,57	122
cis-3-hexenol	928-96-1	1,61	100
trans-2-hexenol	928-95-0	1,61	100
óleos fúseis de uísque	mistura	1,75	74
isobutirato de etila	97-62-1	1,77	116
butirato de etila	105-54-4	1,85	116
hexanol	111-27-3	2,03	102
butirato de etil-2-metila	7452-79-1	2,26	130
isovalerato de etila	108-64-5	2,26	130
acetato de isoamila	123-92-2	2,26	130
óleo de noz-moscada	mistura	2,90	164
metilisoeugenol	93-16-3	2,95	164
gama undecalactona	104-67-6	3,06	184
alfa terpineol	98-55-5	3,33	154
clorocicloexano (CCH)	542-18-7	3,36	118
linalool	78-70-6	3,38	154
citral	5392-40-5	3,45	152
geraniol	106-24-1	3,47	154
citronelol	106-22-9	3,56	154
p-cimeno	99-87-6	4,10	134
limoneno	138-86-3	4,83	136

FIG. 27

Tabela 2. Estabilidade/Desenvolvimento de Método de Citral-Ciclodextrina

amostra	tempo = 0	ID	neral	geranial	citral total	carveol	p-cimeno	p, a-dimetil estireno	CCH int std	menta-1,5- dien-8-ol 1	menta-1,5- dien-8-ol 2
controle recém preparado	tempo = 0		26.330.000	74.304.000	100.634.000	1.113.100	1.688.300	1.052.900	20.201.000		
controle + 0,1 % de alfa CD	tempo = 0		21.285.000	62.820.000	84.105.000	1.002.500	1.683.200	913.650	20.362.000		
controle + 0,2 % de alfa CD	tempo = 0		21.291.000	62.299.000	83.590.000	981.550	1.646.600	949.770	20.362.000		
controle + 0,1 % de beta CD	tempo = 0		20.897.000	79.267.000	100.164.000	898.400	1.466.200	835.690	8.211.700		
controle + 0,2 % de beta CD	tempo = 0		30.642.000	65.451.000	96.093.000	738.010	1.259.100	694.970	14.378.000		
controle	tempo = 18 h a 32,2 °C (90 °F)		14.874.000	35.523.000	50.397.000	0	5.180.200	2.193.100	18.990.000	2.277.700	1.882.500
controle + 0,1 % de alfa CD	tempo = 18 h a 32,2 °C (90 °F)				0	0					
controle + 0,2 % de alfa CD	tempo = 18 h a 32,2 °C (90 °F)		16.553.000	39.960.000	56.513.000	0	4.190.200	1.927.400	19.399.000	2.038.400	1.745.500
controle + 0,1 % de beta CD	tempo = 18 h a 32,2 °C (90 °F)		19.840.000	44.449.000	64.289.000	0	1.655.400	1.015.700	15.954.000		
controle + 0,2 % de beta CD	tempo = 18 h a 32,2 °C (90 °F)		11.134.000	44.480.000	55.614.000	405.540	1.162.000	754.470	13.780.000		
controle refrigerado	tempo = 18 h a 4,4 °C (40 °F)		23.414.000	80.973.000	104.387.000	296.580	1.427.000	891.120	19.862.000		
controle	tempo = 36 h a 32,2 °C (90 °F)		4.090.600	10.645.000	14.735.600	0	12.616.000	2.443.900	17.675.000	3.179.000	2.347.800
controle + 0,1 % de alfa CD	tempo = 36 h a 32,2 °C (90 °F)		4.346.900	11.343.000	15.689.900	0	10.842.000	2.180.200	17.019.000	3.195.300	2.336.100
controle + 0,2 % de alfa CD	tempo = 36 h a 32,2 °C (90 °F)		5.529.100	13.944.000	19.473.100	0	12.381.000	2.379.400	17.586.000	3.231.300	2.393.200
controle + 0,1 % de beta CD	tempo = 36 h a 32,2 °C (90 °F)		7.127.100	16.485.000	23.612.100	0	3.773.900	1.164.100	14.847.000	1.004.600	847.040
controle + 0,2 % de beta CD	tempo = 36 h a 32,2 °C (90 °F)		8.901.400	19.720.000	28.621.400	0	2.329.700	901.610	13.433.000	0	0
controle refrigerado	tempo = 36 h a 4,4 °C (40 °F)		17.124.000	49.714.000	66.838.000	664.400	1.523.500	876.220	16.247.000	0	0
controle refrigerado a	tempo = 48 h a 32,2 °C (90 °F)		28.435.000	61.091.000	89.528.000	0	1.293.700	865.860	19.397.000	0	0
controle	tempo = 48 h a 4,4 °C (40 °F)		1.446.800	3.652.100	5.098.900	752.910	18.504.000	2.699.900	19.165.000	3.743.300	2.543.700
controle + 0,1 % de alfa CD	tempo = 48 h a 32,2 °C (90 °F)		1.294.000	3.390.000	4.684.000	0	6.565.900	1.860.900	6.319.200	3.423.800	2.367.600
controle + 0,2 % de alfa CD	tempo = 48 h a 32,2 °C (90 °F)		1.690.800	4.590.500	6.281.300	813.340	15.990.000	2.519.600	17.982.000	3.536.500	2.613.300
controle + 0,1 % de beta CD	tempo = 48 h a 32,2 °C (90 °F)		2.913.700	7.106.500	10.020.200	0	5.405.200	1.246.000	15.207.000	1.257.300	1.005.300
controle + 0,2 % de beta CD	tempo = 48 h a 32,2 °C (90 °F)		4.810.500	11.615.000	16.425.500	0	3.572.200	911.810	13.858.000	614.670	554.060
controle refrigerado b	tempo = 48 h a 4,4 °C (40 °F)		21.966.000	50.659.000	72.625.000	0	1.302.600	1.052.700	17.492.000	771.120	769.300

FIG. 28

Tabela 3. Comparações de estabilidade de quatro bebidas contendo várias quantidades e formas de citral e ciclodextrina

amostra	ID	sabineno	p-cimeno	neral	geranial	p-a-dimellit estireno	p-cimen-8-ol	mentha-1,5-dein-8-ol-1	Desvio de Notas Combinado	AREA TOTAL
1AC1	tempo = 1 dia a 4,4 °C (40 °F)	3.584.600	12.381.000	1.124.900	1.391.600	413.000			0	228.920.000
1AC2	tempo = 2 dias a 4,4 °C (40 °F)	3.528.000	12.495.000	1.244.400	514.810	363.750			0	229.760.000
1AC3	tempo = 7 dias a 4,4 °C (40 °F)	5.199.900	10.969.000	890.340	1.557.100	317.710			0	217.340.000
1AC4	tempo = 14 dias a 4,4 °C (40 °F)	703.460	3.257.300						0	104.270.000
1AC5	tempo = 21 dias a 4,4 °C (40 °F)	1.232.800	5.548.800						0	164.120.000
1AH1	tempo = 1 dia a 31,1 °C (88 °F)	3.549.100	12.321.000	739.010	391.580	460.760			0	243.490.000
1AH2	tempo = 2 dias a 31,1 °C (88 °F)	3.891.800	11.701.000			472.710			0	235.950.000
1AH3	tempo = 7 dias a 37,7 °C (100 °F)	1.008.500	4.684.000			474.360			0	121.990.000
1AH4	tempo = 14 dias a 37,7 °C (100 °F)	0	1.820.700			267.970			0	59.673.000
1AH5	tempo = 21 dias a 37,7 °C (100 °F)	0	2.380.300			446.870	392.730		392.730	54.488.000
Country Time (recipiente)										
1BC1	tempo = 1 dia a 4,4 °C (40 °F)	5.254.410	4.254.530			1.461.000			0	273.220.000
1BC2	tempo = 2 dias a 4,4 °C (40 °F)	5.881.400	12.582.000	5.154.600	6.404.340	816.160		332.530	332.530	315.290.000
1BC3	tempo = 7 dias a 4,4 °C (40 °F)	5.100.200	11.292.000	3.015.700	5.229.210	734.550			0	266.380.000
1BC4	tempo = 14 dias a 4,4 °C (40 °F)	2.080.300	9.727.300	1.357.900	696.800	670.820		558.200	558.200	268.780.000
1BC5	tempo = 21 dias a 4,4 °C (40 °F)	2.387.000	9.773.700	1.406.200	592.580	560.550			0	236.760.000
1BH1	tempo = 1 dia a 31,1 °C (88 °F)	5.601.300	12.567.000	3.131.000	1.440.700	855.180			0	311.850.000
1BH2	tempo = 2 dias a 31,1 °C (88 °F)	4.337.200	11.199.000	639.250		1.075.500		468.460	468.460	322.250.000
1BH3	tempo = 7 dias a 37,7 °C (100 °F)	1.090.200	10.469.000			1.206.300		421.300	421.300	128.560.000
1BH4	tempo = 14 dias a 37,7 °C (100 °F)	0	3.108.000			893.250	901.320	484.120	1.385.440	159.890.000
1BH5	tempo = 21 dias a 37,7 °C (100 °F)	0	8.928.200			1.574.000	980.310		980.310	77.378.000
citral adicionado										
2DC1	tempo = 1 dia a 4,4 °C (40 °F)	4.039.500	13.962.000	3.089.100	1.415.000	751.960			0	268.220.000
2DC2	tempo = 2 dias a 4,4 °C (40 °F)	3.763.400	13.699.000	2.868.700	1.230.300	743.810			0	257.520.000
2DC3	tempo = 7 dias a 4,4 °C (40 °F)	3.568.100	12.998.000	2.205.300	967.660	619.110			0	251.730.000
2DC4	tempo = 14 dias a 4,4 °C (40 °F)	2.694.600	16.830.000	1.710.600	722.540	615.250			0	237.390.000
2DC5	tempo = 21 dias a 4,4 °C (40 °F)	2.126.000	5.310.700	1.786.400	668.660	317.080			0	178.950.000
2DH1	tempo = 1 dia a 31,1 °C (88 °F)	3.587.600	13.730.000	2.221.200	982.390	688.100			0	241.730.000
2DH2	tempo = 2 dias a 31,1 °C (88 °F)	3.446.800	13.479.000	970.740	472.800	723.440			0	231.680.000
2DH3	tempo = 7 dias a 37,7 °C (100 °F)	1.799.200	11.588.000			883.990			0	133.760.000
2DH4	tempo = 14 dias a 37,7 °C (100 °F)	881.040	16.044.000			1.244.400			0	135.760.000
2DH5	tempo = 21 dias a 37,7 °C (100 °F)	538.720	12.901.000			1.253.000			0	118.940.000
0,2 % de BCD-citral										
3FC1	tempo = 1 dia a 4,4 °C (40 °F)	5.779.200	13.206.000	4.441.200	2.145.300	955.790			0	311.130.000
3FC2	tempo = 2 dias a 4,4 °C (40 °F)	5.034.000	12.686.000	4.842.900	1.146.700	779.310			0	284.940.000
3FC3	tempo = 3 dias a 4,4 °C (40 °F)	3.487.900	11.674.000	2.725.700		849.470			0	285.950.000
3FC4	tempo = 14 dias a 4,4 °C (40 °F)	1.339.100	6.933.400	802.050	362.530	724.180		743.650	743.650	179.730.000
3FC5	tempo = 21 dias a 4,4 °C (40 °F)	1.784.200	7.147.600	1.120.600	511.440	541.260		479.140	479.140	173.830.000
3FH1	tempo = 1 dia a 31,1 °C (88 °F)	5.163.100	14.446.000	1.569.100	918.540	2.038.500			0	280.240.000
3FH2	tempo = 2 dias a 31,1 °C (88 °F)	4.316.600	3.874.500	535.130		1.237.200		589.190	589.190	372.980.000
3FH3	tempo = 7 dias a 37,7 °C (100 °F)	1.155.100	10.768.000			1.747.900		437.730	437.730	141.100.000
3FH4	tempo = 14 dias a 37,7 °C (100 °F)	1.039.200	12.138.000	0	0	5.427.200	473.110	1.396.780	1.869.890	164.590.000
3FH5	tempo = 21 dias a 37,7 °C (100 °F)		10.167.000			1.631.800	1.139.100		1.139.100	77.151.000

FIG. 29

Tabela 4. Comparações de estabilidade de duas bebidas contendo várias quantidades e formas de citral e ciclodextrina

amostra	ID	sabineno	p-cimeno	neral	geranial	p,a-dimetil estireno	p-cimen-8-ol	menta-1,5-dien-8-ol 1	ÁREA TOTAL
2EC3	t = 7 dias 0,3 % de BCD	3.108.100	11.474.000	4.530.000	1.627.100	318.040			210.780.000
2EC4	t = 14 dias 0,3 % de BCD	3.276.800	17.330.000	3.470.800	1.473.100	608.940			223.890.000
2EC5	t = 21 dias 0,3 % de BCD	2.346.200	12.718.000	2.368.200	920.010	416.260			197.210.000
2EH3	t = 7 dias 0,3 % de BCD	1.770.800	10.865.000			824.680			158.860.000
2EH4	t = 14 dias 0,3 % de BCD	1.153.600	13.869.000			1.143.200		350.450	145.250.000
2EH5	t = 21 dias 0,3 % de BCD	547.430	10.723.000			982.950			103.140.000
3GC3	t = 7 dias 0,3 % de WSR	3.148.200	9.747.500	3.247.900		644.270			266.240.000
3GC4	t = 14 dias 0,3 % de WSR	1.871.400	8.216.600	968.670	463.770	747.610		729.590	225.460.000
3GC5	t = 21 dias 0,3 % de WSR	1.227.300	1.605.200	896.860	392.400	363.760		525.490	112.850.000
3GH3	t = 7 dias 0,3 % de WSR	988.600	9.016.800			1.228.300		1.196.200	130.120.000
3GH4	t = 14 dias 0,3 % de WSR		7.913.600			1.402.600	1.227.700	499.940	101.800.000
3GH5	t = 21 dias 0,3 % de WSR		5.019.700			1.461.100	1.141.300	439.800	62.800.000

FIG. 30

Tabela 5

Amostra	Concentração em 7 semanas	% de perda	% de aperfeiçoamento sobre o controle
Controle (desprotegido)	0,0001 %	96,6 %	
Bebida com β -ciclodextrina	0,0009 %	69,0 %	27,6 %
Bebida com HP- β -ciclodextrina	0,0015 %	48,3 %	48,3 %

FIG. 31

RESUMO

“COMPLEXOS DE INCLUSÃO DE CICLODEXTRINA E MÉTODOS DE PREPARAR OS MESMOS”

5 A presente invenção fornece um produto compreendendo um adventício complexo-
do com uma ciclodextrina em que o adventício é mais estável no produto e não degrada tão
rapidamente quanto um produto compreendendo o mesmo adventício sem uma ciclodextrina.
Além disso, a presente invenção fornece um método de estabilizar adventícios com uma
ciclodextrina e reduzir a formação de produtos com degradação de adventício.