

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 853537 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application **853537**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification (IPC⁴)
A23G 3/30

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **16.09.1985**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **16.09.1985**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **06.04.1986**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **12.06.2019**

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

05.10.1984 US 658099

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • Warner Lambert Company, Delaware; 201 Tabor Road, Morris Plains New Jersey, United States,
AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • Sharma, Shri C., USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

2 • Yang, Robert K., USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Oy Jalo Ant-Wuorinen Ab, Iso Roobertinkatu 4 - 6 A, 00120 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Uusia makeutusainesysteemejä sisältävät purukumikoostumukset ja mene- telmä niiden valmistamiseksi.

Nya sötningsmedelssystem innehållande tuggummikompositioner och förfarande för deras framställning.

Uusia käyttösystemejä sisältävät purukumikoostumukset ja menetelmä niiden valmistamiseksi.

Nya sötningsmedelssystem innehållande tuggummi-kompositioner och förfarande för deras framställning.

Tämä keksintö koskee uuden käyttösystemin sisältävien purukumikoostumuksia ja sen valmistusmenetelmää. Erityisesti tämä keksintö koskee menetelmää aineiden suojaamiseksi sellaisilta haittaavilta tekijöiltä kuin kosteus, pH, lämpötila ja reaktiiviset kemikaalit. Käyttösystemi on käyttökelpoinen ydinaineille (core materials), kuten makeutusaineille, jotka ovat erityisen pysymättömiä näiden tekijöiden läsnäollessa. Erityisesti käyttösystemi on erikoisen käyttökelpoinen kun kysymys on dipeptidimakeutusaineista, kuten aspartamista, joilla tiedetään olevan pysyvyysongelmia, makuaineista ja vastaavista.

Dipeptidimakeutusaineet, kuten L-aspartyyli-L-fenyylialaniini-metyyliesteri (aspartaami), on laajasti tunnettu erinomaisen hyvänmakuisena, kalorittomana makeutusaineena, joka on käyttökelpoinen useissa ravintotuotteissa, muun muassa purukumituotteissa. Ikävä kyllä aspartaami on erittäin pysymätön kosteuden läsnäollessa ja hajoaa hydrolyyttisesti, jonka seurauksena se menettää makeutensa. Kohotetut lämpötilat ja tietyt pH-alueet voivat kiihdyttää hydrolyyttistä hajoamista. Lisäksi aspartaamin tiedetään reagoivan monien makuaineiden ja kemikaalien, kuten aldehydien ja ketonien kanssa. Esimerkiksi aspartaami menettää makeutensa kemiallisten reaktioiden seurauksena aldehydiä sisältävien makuöljyjen, kuten kaneliöljyn läsnäollessa. Näitä makuöljyjä käytetään ravintotuotteissa ja ne ovat suosittuja purukumikoostumuksissa ja muissa makeistutuotteissa. Purukumikoostumukset ja muut tuotteet sisältävät myös yleensä kosteutta ja ne voivat olla

alttiina kohonneille lämpötiloille varastoinnin aikana. Tuloksena on, että aspartaami häviää, ja vastaavasti häviää makeus purukumista.

On tehty lukuisia yrityksiä aspartaamin stabiloimiseksi purukumeissa kuten myös muissa ravintotuotteissa. US-patentti 4,384,004 Cea et al., koskee aspartaamin kiinteitä hiukkasia, kapseloituna päällystysaineella, joka on selluloosa, jokin selluloosajohdannainen, arabinogalaktiini, arabikumi, jokin polyolefiini, jokin vaha, vinyylipolymeeri, gelatiini, zeini tai näiden seos, joissa mainitun päällystysaineen määrä suhteessa mainittuun metyyliesteriin on 1:1 - 1:10. Aivan erityisesti näitä päällystysaineita ovat selluloosa, metyyliiselluloosa, etyyliiselluloosa, selluloosanitraatti, selluloosa-asetaatti-ftalaatti, karboksimeyyliiselluloosa, hydroksietyyliiselluloosa, hydroksipropyliiselluloosa, arabinogalaktaani; polyetyleni, polymetakrylaatit, polyamidit, etyleenivinyyliasetaatikopolymeerit, polyvinyylipyrrolidoni; arabikumi; parafiinivaha, karnaubavaha, valaanpäärasva, mehiläisvaha; steariinihappo, stearyylialkoholi; glyseryylistearaatti; gelatiini, zeini ja näiden seokset.

Tässä viitteessä käytetyssä päällystysmenetelmässä suspendoidaan aspartaamihiukkaset ilmapirtaan, joka ohittaa päällystysaineen suihkunestepisaravyöhykseen, niin että päällystysaine tulee aspartaamin pinnalle. Voidaan käyttää useampaa kuin yhtä päällystystä, jolloin sisempi päällyste on vesiliukoinen ja ulompi päällyste veteen liukenematon.

US-patenteissa nro 4,122,195 ja nro 4,139,939 molemmat Bahoshy et al., kiinnitetään aspartaami valmistamalla se esim. arabikumin tai polyvalenttisen metalli-ionin sisältävän yhdisteen reaktiotuotteen kanssa, substituoidun diarboksyylihapon kelatoitumattoman tärkkelys-happoesterin kanssa, sumutuskuivausmenetelmällä, jossa aspartaami ja kalvon muodostava aine valmistetaan emulsioksi.

US-patentti 4,374,858 Glass et.al., koskee aspartaamilla makeutettua purukumia, jonka makeutusstabiilisuus on parantunut ja jossa purukumipala on pinnaltaan päällystetty aspartaamilla sen sijaan, että se olisi yhdistetty purukumiseokseen.

EPA 81110320.0 julkaistu 16.6.1982 (julkaisunumero 0053844) Ajinomoto Co., Inc., koskee stabiloitua, dipeptidi-perustaista makeutuskoostumusta, joka sisältää (a) 20-60 % painosta kiinteää rasvaa, (b) 10-30 % painosta emulgaattoria, (c) 10-30 % painosta polysakkaridia ja (d) ei enempää kuin 30 % painosta dipeptidimakeutusainetta. Koostumukset valmistetaan kuumentamalla aineosien seos, jäähdyttämällä ja jauhamalla, jotta saadaan koostumuksen jauhe tai granulat kooltaan ASTM mesh asteikon mukaan pienempiä kuin 12. Seoksen sumutuskuivaus on myös esitetty.

US-patentti 4,105,801 Degliotti, käsittelee makeista, joka sisältää ydinosan ja kuoren, joka pysyvästi ympäröi ydinosaa, jolloin kuori valmistetaan sekoittamalla hyvin ksylitolin mikrokiteet kiinteään rasva-aineen kanssa suhteissa 0,5-15 paino-osaa rasva-ainetta jokaista ksylitolin 100 paino-osaa kohti. Rasva-aine on mieluummin mono-, di- tai triglyseridi, joka sulaa 20°C-60°C.

US-patentti 3,389,000 Toyonaka et al., koskee suojaavia päällysteitä, jotka on tarkoitettu rakeisille nukleosidi-5-fosfaateille, päällysten ollessa syötäväksi kelpaavia rasvoja, jotka sulavat 40-100°C:ssa ja jotka on johdettu kasveista ja eläimistä. Hydrattuja öljyjä ovat esim. soijapapuöljy, puuvillansiemenöljy, manteliöljy, risiiniöljy, pellavansiemenöljy, sinappiöljy, oliiviöljy, grapesiemenöljy, palmuöljy, palmuydinöljy, rapsiöljy, riisileseöljy ja vastaavat ja näiden seokset. Tässä viitteessä on esitetty menetelmä rakeisen tuotteen valmistamiseksi rasvojen ja nukleosidi-5-fosfaattien nestemäisestä seoksesta, joka sumutetaan paine-

suuttimesta ja muodostuneet granulat jäähdytetään ja otetaan talteen.

US-patentti 4,382,924 Berling, koskee vitamiinien tai farmaseuttisten aineiden nestemäisiä, oraalisia annosmuotoja, jotka sisältävät syötäväksi kelpaavan öljyn, hyvin lipidiin liukenevan makeutusaineen kuten sakkariinin ja lipidiliukoksen makuaineen. Syötäväksi kelpaava öljy voi olla polyolirasvahappoesteri, jossa on ainakin neljä rasvahappoesteriryhmää ja jokainen rasvahappo sisältää noin 8 - noin 22 hiiliatomia. Öljy, makeutusaine ja makuöljy sekoitetaan ja kuumennetaan, jonka jälkeen jäähdytetään, jotta saadaan miellyttävän makuinen nestemäinen annosmuoto.

US-patentit 3,949,094 ja 3,976,494 molemmat Johanson, ja US-patentti 3,867,556 Darragh, käsittelevät yleisesti ottaen rasva-aineiden sumuttamista makeutusaineille ja vastaaville. US-patentti 4,293,572 Silva et.al., koskee emulgoidun rasvan dispersion käyttöä yhdessä dekstriinin, sakkariinin tai polysakkaridiliuosten kanssa ravintotuotteilla kosteudelta suojaavana kalvona. US-patentti 3,527,647 koskee menetelmää hiukkasten agglomeroimiseksi levittämällä niitä sattumanvaraisesti ja sumuttamalla kostuneita hiukkasia, jolloin aiheutetaan niiden yhteen törmääminen ja agglomeraattien muodostuminen.

Makeutusaineiden kuten aspartaamin pysyvyyteen liittyvä ongelma, johon ei aikaisemmin ole viitattu, koskee aspartaamikiteen kostuvuutta sekä sen morfologista konfiguraatiota. Aspartaamin tiedetään olevan muodoltaan tankomainen, neulasmainen tai dendriittinen (haarainen). Tästä on seurauksena, että aspartaami on erittäin vaikea päällystää tavanomaisilla sekoitus tai sumutuspäällystysmenetelmillä. Ollakseen tehokkaita suojaavien kalvopäällysteiden täytyy kyetä kiinnittymään kiteen pintaan, mukaan luettuna neulasmaiset kärjet ja

aspartaamin muut muotovariaatiot. Lisäksi päällysteen täytyy pystyä muodostamaan paksuudeltaan yhtenäinen kalvo, joka on riittävä toimimaan esteenä hajottavia tekijöitä, kuten kosteutta, pH-muutoksia, lämpötilamuutoksia ja reaktiivisia kemikaaleja vastaan. Päällysteiden sen lisäksi, että ne ovat suojaavia kalvoja, täytyy olla tarpeeksi taipuisia mukautukseen pinnan epäsäännöllisyyksiin ja niillä tulee olla geometrinen konfiguraatio, jossa ei esiinny säröjä, johtuen mekaanisista painoista, joille se joutuu alttiiksi lisättessä makeutusaine tiettyihin tuotevalmisteisiin. Yritykset päällystää aspartaami käyttämällä sumutustekniikkaa, ja siinä rasvan ja lesitiinin yksinkertaisia seoksia, ovat johtaneet huonoon kestämiseen, pilkulliseen päällystämiseen ja riittämättömään suojaan kosteutta ja muita tehokkaasti hajottavia tekijöitä vastaan.

On havaittu, että tunnettujen päällystysaineiden, kuten rasvojen yksinkertainen sekoittaminen tiettyjen muiden ydinaineiden, kuten aspartaamin kanssa, ei muodosta riittävää suoja ydinaineen pitämiseksi stabiloidussa tilassa. Rasvat eivät muodosta riittävää päällystä aspartaamille, eivätkä myöskään sellaiset päällystysaineet kuin tärkkelys ja tietyt muut aineet, kuten vahat. Monet näistä aineista vaativat liuottimia ja kosteutta kun niitä käytetään, jolloin niillä on hydrofiilisesti pysymättömien aineiden, kuten aspartaamin stabiilisuuteen päinvastaiset vaikutukset. Esimerkiksi sekoittamalla yksinkertaisesti aspartaami tavanomaisten päällystysaineiden, esim. rasvan ja lesitiinin nestemäisiin seoksiin, on saatu huono kostuvuus, pilkullinen päällyys ja riittämättömän suoja kosteutta ja kemikaaleja vastaan. Tuloksena oli aspartaamin hajoaminen sen jouduttua alttiiksi näille olosuhteille. Muutokset pH:ssa ja lämpötilassa katalysoivat näitä hajottavia olosuhteita.

Hakemuksen EP-A 81110320.9 (julkaisunumero 0053844) jätetty joulukuun 10. 1981, menetelmä on esimerkki päällystysainei-

den yksinkertaisesta sekoittamisesta aspartaamin kanssa. Tässä julkaisussa esitetään, miten yksinkertaisesti sulatetaan ja sekoitetaan keskenään 20-60 % kiinteää rasvaa, 10-30 % emulgaattoria, 10-30 % polysakkaridia ja korkeintaan 30 % dipeptidimakeutusainetta. Sen jälkeen seos jäähdytetään ja jauhetaan ja sumutuskuivataan. Jauhaminen hienoksi jauheeksi kuitenkin johtaa päällysteen murtumiseen jättäen aspartaamin paljaaksi. Sumutuskuivaukseen liittyy tavallisesti kosteuden ja liuottimien poistaminen.

Tunnetussa tekniikassa vaikeasti päällystettävien aineiden, kuten aspartaamin päällystyksessä on keskitytty kahteen menetelmään. Ensimmäisessä menetelmässä muodostetaan päällystysaineen sula seos makeutusaineen kanssa. Sen jälkeen seos jäähdytetään ja jauhetaan. Muodostuneet hiukkaset edustavat sattumanvaraista yritystä päällystää tai ympäröidä makeutusaine täydellisesti. Aspartaamin ollessa kyseessä tämä päällystäminen ei ole riittävä suoja kosteutta tai aldehydejä sisältäviä makuöljyjä vastaan ja tuloksena on aspartaamin epästabiilisuus.

Toinen tavanomainen tunnetun tekniikan mukainen menetelmä aineiden päällystämiseksi on leijukerrossumutuspäällystys. Tässä menetelmässä päällystettävän aineen virta saatetaan kosketukseen päällystävän aineen sumutettujen pienten pisaroiden muodostaman vyöhykkeen kanssa. Kun on kyse sellaisista aineista kuin aspartaami, tämä menetelmä on erittäin vaikea. Aspartaami on alhaisen tiheyden omaava aine, sillä on suuri pinta/paino-suhde ja huonot kostumisominaisuudet. Näistä syistä johtuen aspartaamin sumutuspäällystys leijukerrossysteemissä on vaikeaa.

Tämän keksinnön mukainen menetelmä on parannettu sumutusjähmettymismenetelmä ja sisältää lisäpäällystysvaiheita. Muodostunut tuote on huomattavasti parannettu suojaavana kalvo-

na toimivan päällysteen tehokkuuden suhteen. Tuloksena on saatu merkittävä parannus ydinaineen stabiilisuuteen. Esi-merkit, joita jäljempänä esitetään ja joihin liittyvät mikrovalokuvat on esitetty, osoittavat selvästi, että tämän keksinnön mukainen menetelmä pystyy muodostamaan yhtenäisen ja erinomaisen päällysteen sovellettuna ydinaineelle täysin päinvastoin kuin tunnetuissa menetelmissä.

Siten keksinnön mukaiset käyttösystemit ja valmistusmenetelmä muodostavat parannetun, suojaavan päällysteen ydinaineille. Käyttösystemeillä on lukuisia muita etuja, mukaan luet-
tuna aineiden, kuten makeutusaineiden ja makuaineiden ohjat-
tu vapautuminen. Muut edut käyvät ilmi tästä selityksestä.

Kuvio I on kuva kiteisestä makeutusaineesta aspartaamista (suurennos 145 x). Sauvamainen geometria on selvästi nähtävissä.

Kuvio II on kuva aspartaamin agglomeraatista ja hydrofobisesta matriisista ennen toisen päällystysmenetelmän suorittamista. Pallomainen muoto on selvästi havaittavissa.

Agglomeraatti muodostettiin käyttäen keksinnön mukaista su-
mutusjähmetystekniikkaa. Agglomeraatin muoto mahdollistaa
toisen ulkopuolisen päällystämisen soveltaen leijukerrosgra-
nulaatiotekniikkaa.

Kuvio III on kuva keksinnön mukaisesta käyttösystemistä ma-
keutusaineelle (suurennos 145 x). Nämä hiukkaset on saatu
päällystämällä kuvion II agglomeraatti, käyttäen 200 % ag-
glomeraatin painosta laskettuna seosta, jossa on 95 % hyd-
rattua palmuöljyä ja 15 % parafiinivahaa.

Kuvio IV on kuva käyttösystemistä makeutusaineelle (suuren-
nos 145 x) valmistettuna menetelmällä, joka esitetään hake-

muksen EP-A 81110320.9 esimerkissä 1. Polysakkaridi kuitenkin puuttui ja aineosien määrät olivat tämän keksinnön rajoissa. Menetelmässä rasva-aineet, lesitiini, aspartaami ja monoglyseridi sulatettiin yhdessä ja kiteytettiin jäähdyttämällä. Sen jälkeen kiinteä aine jauhettiin, jolloin saatiin valokuvassa esiintyvät hiukkaset. Kuten kuvasta selvästi näkyy, hiukkaset ovat sattumanvaraisesti ja epäyhtenäisesti päällystettyjä.

Vaikka tämä keksintö koskee käyttösystemejä erilaisille ydinaineille ja niiden yhdistelmille, se erityisesti on tarkoitettu koskemaan uusia käyttösystemejä makeutusaineille, kuten aspartaamille ja sakkariinille, makuaineille ja vastaaville, joita yhdistetään purukumikoostumuksiin. Keksinnön mukaiset käyttösystemit ja valmistusmenetelmä ratkaisevat ne ongelmat, jotka liittyvät ydinaineiden pinnan kostuttamiseen. Se erityisesti ratkaisee pinnan kostuttamisongelman ja dipeptidimakeutusaineen, aspartaamin neulasmaisen rakenteen päällystämisen täydellisesti. Lisäksi päällysteet ovat tarpeeksi taipuisia muodostaakseen suojaavat estokerrokset, murtumatta ja karvastumatta niiden mekaanisten voimien vaikutuksesta, joita esiintyy ydinaineen nopean päällystyksen aikana sekä niiden mekaanisten paineiden vaikutuksesta, joita esiintyy yhdistettäessä käyttösystemi ravintotuotteeseen.

Tämän keksinnön mukaisessa ydinaineen stabilointi- ja päällystysmenetelmässä muodostetaan ensin ydinaineen agglomeraatti hydrofobisessa päällystysmatriisissa, jolloin ydinaine agglomeroidaan ja orientoidaan matriisiin ja siten helpotetaan myöhempää päällystämistä ja päällystämisiä samanlaisilla tai samoilla matriisiaineilla. Agglomeraatti muodostetaan käyttäen sumutusjähmettymismenetelmiä, joilla syntyy suurin piirtein soikea tai pallomainen muoto. Agglomeraatti on tietysti suurempi kooltaan kuin yksittäiset hiukkaset ja

sen muoto ja koko sekä matriisin päällysteen koostumus helpottavat toisen päällystämisen suorittamista. Agglomeraatti seulotetaan, jotta saadaan vain toivotun kokoiset hiukkaset. Agglomeraatit, jotka ovat erittäin hienoja, esim. alle noin 200 USA standard mesh-yksikköä, eivät yleensä ole käyttökelpoisia, koska ne ovat liian pieniä ollakseen helposti päällystettävissä. Toinen päällystys ja kaikki muut päällystykset suoritetaan käyttäen tavanomaisia leijukerrosgranulaatiomenetelmiä, jotka alan ammattimies hyvin tuntee. Lisäksi tämän keksinnön mukainen menetelmä sisältää sumutus-jähmettymistekniikat, ilman että ensin muodostetaan agglomeraatti. Kuten jäljempänä esitetään, sumutus-jähmettymismenetelmässä ydinaineen sulatettu seos syötetään tämän keksinnön mukaiseen uuteen hydrofobiseen päällystysmatriisiin korkeapainesumutusuuttimen avulla, samalla kun syöttölinja pidetään kontrolloidussa lämpötilassa ja suuttimen painetta säädetään sumun hiukkaskoon kontrolloimiseksi. Muodostunut tuote koostuu muodoltaan hienoista, pallomaisista pienistä hiukkasista, jotka jähmettyvät ja muuttuvat kiinteiksi lähtiessään suuttimesta ja kohdatessaan ilman, jolloin muodostuu kiinteitä hiukkasia. Näissä hiukkasissa on voitettu suurin osa ongelmista, jotka liittyvät aspartaamihiukkasiin; t.s. neulasmainen muoto on muuttunut pyöreäksi aggregaattimatriisiksi; hiukkastiheys on lisääntynyt suositeltavalle tasolle; ja kostuvuus on parantunut, jolloin granulointipäällystysmenetelmät ovat tehokkaita. Nämä hiukkaset muodostavat käyttösystemin, josta kerrotaan enemmän seuraavassa.

Keksinnön mukaiset käyttösystemit ja koostumukset ovat käyttökelpoisia ravintotuotteissa, kuten purukumeissa ja muissa makeistuotteissa, leivontatuotteissa, farmaseuttisissa valmisteissa, virvoitusjuomissa, tupakassa ja patenttituotteissa, kuten hammastahnassa ja suuvedessä. Hyväksyttävät määrät voivat vaihdella suuresti ja ovat mieluummin noin 0,01% - noin 100 % käyttösystemin painosta, laskettuna lopullisen tuotteen painosta.

Tämän keksinnön mukaiset koostumukset koskevat purukumikoostumusta, jossa on kumiperusaine ja pysyvä käyttösystemi, joka kykenee ohjatusti vapauttamaan ydinaineen ja sisältää:

A) ainakin yhden luonnollisen tai keinotekoisen ydinaineen, joka on aminohappoperustainen makeutusaine, dipeptidimakeutusaine, glysyritsiini, sakkariini tai sen suola, asesulfamisuola, sykламаatti, steviosidi, taliini, dihydrokalkoniyhdiste, makuaine tai näiden seos; ja

B) hydrofobisen matriisin, joka sisältää olennaisesti

(i) lesitiiniä; ja

(ii) syötäväksi kelpaavaa ainetta, jonka sulamispiste on noin 25°C - noin 100°C ja joka on (a) rasvahappo, jonka jodiluku on noin 1 - noin 10, (b) luonnollinen vaha, (c) syntetttinen vaha tai (d) näiden seos; ja

(iii) ainakin yhden glyseridin.

Lesitiini on ratkaiseva hydrofobiselle matriisille ja sen uskotaan palvelevan useita tärkeitä tarkoituksia. Kaikkein tärkeintä on, että lesitiini toimii kostuttavana aineena liösäten rasvan tai vahan affiniteettia ydinaineen pinnalle. Rasva ja vaha eivät tavallisesti sovi yhteen tiettyjen, ki-teisten makeutusaineiden, kuten aspartaamin kanssa. Lesitiini parantaa huonoa affiniteettia näiden aineiden välillä ja tekee mahdolliseksi aspartaamipinnan yhtenäisen kostumisen rasvalla tai vahalla. Pinnan yhtenäinen kostuminen on ratkaisevaa vaikuttaen hydrofobisen matriisipäällysteen kunnollisen takertumisen ja ydinaineelle saadun lopullisen suojan tehokkuuteen.

Toiseksi lesitiini toimii rasvan reologisten ja termisten ominaisuuksien modifioijana, rasvan, joka tekee mahdollisek-

si elastisen (ei-hauraan) ja taipuisan kalvon muodostamisen laajemmalla lämpötila-alueella. Tavallinen rasva ilman lesitiiniä antaisi tulokseksi hauraan, huokoisen, kiteisen päällysteen, joka olisi herkkä murtumaan prosessin kuluessa ja joka ei onnistuisi yhtenäisesti kostuttamaan ydinaineen pintaa. Lisäksi lesitiini toimii modifioiden rasvan tai vahan morfologisia ominaisuuksia sekä myös lisäten niiden lämpökapasiteettia ja siten hidastaen nesteen muuttumista kiinteäksi faasiksi ja mahdollistaen lisääntyvän joustavuuden menetelmäoloissa, esim. seosta voidaan prosessoida tietyssä lämpötilassa pidempiä aikoja. Lisääntynyt lämpökapasiteetti näyttelee tärkeätä osaa lopullisessa käyttösystemissä, koska vaaditaan enemmän lämpöä ennen kuin systeemi sulaa ja ydinaine vapautuu. Näin käyttösystemi ollessaan lyhyitä aikoja alttiina kohotetuille lämpötiloille on pysyvämpi kuin ilman lesitiinilisäystä.

Ydinaineiden, kuten aspartaamin, suuri irtotiheys ja suuri pinta-ala suhteessa painoon tekevät ne tavallisesti vaikeiksi päällystää. Lesitiini lisää rasvan viskositeettia, mikä helpottaa niiden yhdistämistä.

Julkaisu "The Condensed Chemical Dictionary" 9. painos, Van Nostrand Reinhold, 1977, määrittelee lesitiinin rasvahappojen diglyseridien seoksiksi, jotka ovat kytkeytyneet fosforihapon koliiniesteriin. Lesitiinit on luokiteltu fosfoglyserideiksi tai fosfatideiksi. Tässä keksinnössä lesitiinissä on fosfatidia mieluummin ainakin 95 % painosta. Tämä puhtausaste on tavallisesti merkitty kaupallisesti saatavissa oleviin lesitiineihin merkinnällä "95 %:isesti asetoniin liukenematonta". Sanonta "95 %:isesti asetoniin liukenematonta" tarkoittaa, että sen jälkeen kun lesitiini on liuotettu asetoniin, 95 % lesitiinistä (fosfatidiosa) jää liukenematta. Jäljellä olevat epäpuhtaudet kuten öljy, kosteus ja liukenevat ei-fosfatidit, määrältään 5 % aineista, liuotetaan

ja uutetaan asetonilla. Vielä mieluummin käytetään lesitiiniä, josta 97 % on liukenematonta. Lisäksi vaaditaan, että lesitiini liukenee rasvahappoon tai vahaan. Tämä on tarpeen, jotta lesitiini voi toimia eri funktioissaan, kuten edellä esitettiin. Käytetyllä lesitiinillä ei ole määrättyä sulamispistealuetta, mutta se pehmenee ennen hajoamista.

Toinen vaadittava aineosa käyttösysteemin hydrofobisessa matriisipäällysteessä on syötäväksi kelpaava aine, joka on itsessään hydrofobinen ja jonka sulamispiste on noin 25°C - noin 100°C. Käyttökelpoisia aineita ovat rasvahapot, luonnolliset ja synteettiset vahat ja näiden seokset. On tärkeätä, että sulamispiste on mainitulla alueella, koska lopullisen käyttösysteemituotteen sulamispisteeseen vaikuttaa suuresti rasva- tai vaha-aineosa.

Niillä rasvahapoilla, jotka ovat käyttökelpoisia, täytyy olla jodiluku noin 1 - noin 10. Jodiluvun avulla määritetään rasvojen tai öljyjen tyydyttymättömyysaste. Jodilukujen mittausta suoritetaan tunnetuilla titrausmenetelmillä ja ilmoitetaan termeinä, jotka ilmaisevat absorboituneen jodin senttigrammoissa rasva- ja öljynäytteen grammaa kohti. (See Bailey's Industrial Oil and Fat Products, Vol 2, 4th Ed., Swern, Daniel ed., p 436-438, 1982.) Siten niillä rasvahapoilla, jotka ovat käyttökelpoisia keksinnön mukaisissa systeemeissä, on jodiluku noin 1 senttigramma - noin 10 senttigrammaa.

Esimerkkejä käytetyistä rasvahapoista ovat hydrattu palmuöljy, hydrattu palmuydinöljy, hydrattu maapähkinäöljy, hydrattu rapsiöljy, hydrattu riisileseöljy, hydrattu soi-japapuöljy, hydrattu puuvillansiemenöljy, hydrattu auringonkukkaöljy ja näiden seokset.

Vahoihin, jotka ovat käyttökelpoisia, kuuluvat luonnolliset vahat, kuten eläinvahat, kasvivahat, petrolivahat ja syn-

teettiset vahat, joiden sulamispiste on noin 25°C - noin 100°C ja ovat syötäväksi kelpaavia. Erityisiä esimerkkejä vahoista, jotka kuuluvat näihin luokkiin, ovat mehiläisvaha, lanoliini, laakerinmarjaöljy, sokeriruoko, kandelillavaha, karnaubavaha, parafiini, mikrokiteinen vaseliini ja karbovaha. Näiden vahojen seoksia voidaan käyttää sekä myös vahojen seoksia rasvahappojen kanssa.

Syötäväksi kelpaavia rasvahappo- tai vaha-aineita käytetään tämän keksinnön mukaisissa käyttösteemeissä määrin, jotka ovat noin 61 - noin 95 % käyttösteemin painosta, mieluiten määrin, jotka ovat noin 63 - noin 90 % ja erityisesti määrin, jotka ovat noin 66 - noin 80 %. Nämä määrät ovat välttämättömiä makeutusaineiden, kuten aspartaamin, joilla on suuri pinta-ala suhteessa painoon, pinnan kunnolliseen päällystämiseen. Hydrattu palmuöljy on kaikkein edullisin rasvahappo. Parafiinivaha ja mikrokiteinen vaha ovat edullisia vahoja.

Syötäväksi kelpaava rasvahappo tai vahakomponentti on olennainen suojakalvon tehokkuuden kannalta. Hydrofobinen matriisi, jonka olennainen osa rasvahappo tai vaha on, antaa ydinaineelle suojan kuumuutta, valoa, kosteutta, pH:ta, reaktiivisia kemikaaleja ja vastaavia vastaan. Lisäksi ydinaineen vapautumista kontrolloi hydrofobinen matriisi ja sillä voi olla muita tarkoituksia, kuten maun naamioiminen pahanmakuisilla aineilla tai epämiellyttävältä maistuvissa aineissa.

Käsite "glyseridikomponentti", jota tässä käytetään, tarkoittaa tavanomaisesti määriteltäviä glyseridejä, jotka ovat glyserolin ja rasvahappojen estereitä, joissa glyserolin yksi tai useampi hydroksyyli-ryhmä on korvattu happotähteillä. Mono- ja diglyseridit ovat edullisia, kun taas triglyseridit yksin eivät ole hyväksyttävissä.

Hydrofobisen päällystysmatriisin mono- tai diglyseridikomponentti toimii niin, että se lisää affiniteettia rasvahapon tai vahan ja ydinaineen välillä. Lisäksi ydinaineilla, jotka ovat vesiliukoisia, kuten aspartaamilla, mono- tai diglyseridikomponentti toimii myös helpottaen rasvan tarttumista ja makeutusaineen pinnan kostumista. Matriisin taipuisuus ja elastisuus heti sen muodostaessa kalvon tai päällysteen ydinaineille on lisääntynyt glyseridikomponentin ansiosta.

Glyseridejä on läsnä määrinä, jotka ovat noin 0,5 - noin 20 % käyttösysteemin painosta. Mieluimmin glyseridiä käytetään määrinä, jotka ovat noin 0,5 - noin 7 % ja kaikkein mieluimmin noin 1 - noin 3 %. On huomattava, että voidaan käyttää mono- ja diglyseridien seoksia, koska useimmat saatavissa olevat glyseridiaineet ovat mono- ja di-glyseridien seoksia.

Ydinaine voidaan valita lukuisista aineista, kuten makeutusaineista, lääkeaineista, lääkkeistä, makuaineista ja vastaavista. Näitä aineita voidaan käyttää joko yksistään tai yhdessä joko yksittäisessä tai moninkertaisessa käyttösysteemissä. Toisin sanoen yksi tai useampi näistä aineista voi esiintyä yhdessä päällystysmatriisissa tai ne voidaan erikseen päällystää matriisilla ja käyttää yksin tai yhdistelmänä lopullisessa tuotteessa.

Makeutusainekomponentti voidaan valita kiinteistä, luonnollisista tai synteettisistä makeutusaineista, jotka kykenevät antamaan voimakkaan makeuden. Näitä makeutusaineita ovat aminohappoperustaiset makeutusaineet, dipeptidimakeutusaineet, glysyritsiini, sakkariini ja sen suolat, asesulfamiinisuolat, sykламаатit, steviosidit, taliini, dihydrokalkoniyhdisteet ja näiden seokset.

Makeutusaineita voidaan käyttää määrin, jotka ovat välttämättömät makeuden aikaansaamiseksi ja mieluimmin määrinä,

jotka ovat noin 0,01 - noin 30 % käyttösysteemin painosta. Aspartaami, sakkariini ja sen suolat ovat edullisia makeutusaineita ja niitä voidaan käyttää määrinä, jotka ovat noin 0,01 % - noin 25 % ja vastaavasti noin 0,01 % - 50 % käyttösysteemin painosta. Näiden makeutusaineiden edulliset määrät ovat noin 2 - noin 10 %, kaikkein edullisimmat 4 - noin 6 %.

Makeutusaineiden erityisen tehokas yhdistelmä on aspartaami, natriumsakkariini ja asesulfami-K (kalium-asesulfami). Sakkariinia ja sen suoloja ja asesulfamisuoloja voidaan käyttää määrin, jotka ovat noin 5- noin 50 % painosta. Aspartaamia käytetään määrin, jotka ovat korkeintaan noin 15 % painosta, kun sitä käytetään tässä yhdistelmässä. Yksi tai useampi makeutusaineista voi olla kapseloidussa muodossa ennen yhdistämistä käyttösysteemiin, siten hidastaen makeutusaineen vapautumista ja pidentäen havaittavaa makeutta ja/tai parastaen makeutusaineiden vapautumista. Näin makeutusaineet voidaan yhdistää siten, että ne vapautuvat peräkkäin.

On myös havaittu, että kahden tai useamman käytetyn makeutusaineen yhdistelmän yhteen liittäminen yksistään tai käyttösysteemiin parantaa makeuden intensiteettiä ja pidentää makeuden vapautumista. Tämä parantuminen makeudessa on tulosta synergismistä. Erinomaisia esimerkkejä synergistisistä yhdistelmistä ovat sakkariini/aspartaami; sakkariini/kalium-asesulfami; sakkariini/aspartaami/kalium-asesulfami. Nämä makeutusaineet voidaan lisätä myös lopullisiin ravintotuotteisiin riippumatta käyttösysteemistä. Siten ravintotuotteella voi olla makeutta, jonka siihen tuo käyttösysteemiin lisätty makeus sekä myös makeutta, jonka aikaansaavat käyttösysteemistä riippumattomat makeutusaineet. Näiden makeutusaineiden yhdistelmien on havaittu myös tuovan ravintovalmisteeseen, kuten purukumiin pitkään jatkuvan makuvaiutuksen.

Käyttökelpoiset makuaineet voivat olla synteettisiä makuainenesteitä ja/tai nesteitä, jotka saadaan kasveista, lehdistä, kukista, hedelmistä ja niin edelleen ja näiden yhdistelmiä. Tyypillisiä makuainenesteitä ovat viherminttuöljy, kaneliöljy, talvikkiöljy (metyylisalisylaatti) ja piparminttuöljyt. Käyttökelpoisia ovat myös keinotekoiset, luonnolliset tai synteettiset hedelmäaromit, kuten sitrusöljyt, mukaan luettuna sitruuna, appelsiini, viinirypäle, lime ja grape ja hedelmäesanssit, mukaan luettuna omena, mansikka, kirsikka, ananas jne.

Käytetyn makuaineen määrä on tavallisesti ensi sijassa riippuvainen sellaisista tekijöistä kuin makuaineen tyyppi, perusaineen tyyppi ja haluttu voimakkuus. Yleensä käyttökelpoisia ovat määrät noin 0,05 % - noin 3,0 % lopullisen purukumikoostumuksen painosta, määrien noin 0,3 % - noin 1,5 % ollessa edullisia ja noin 0,7 % - noin 1,2 % kaikkein edullisimpia.

Käyttösystemin valmistusmenetelmässä muodostetaan ensin ydinaineen ja hydrofobisen matriisin agglomeraatti. Sen jälkeen agglomeraatit seulotaan, jotta saadaan hiukkaset kooltaan noin 200 - noin 30 mesh, jonka jälkeen ne päällystetään yhdellä tai useammalla kerroksella hydrofobista ainetta suojakalvon muodostamiseksi.

Agglomeraatti muodostetaan sekoittamalla hitaasti rasvahappo tai vaha glyseridin ja lesitiinin kanssa lämpötiloissa noin 75°C - noin 95°C kunnes saadaan homogeeninen seos. Ydinaine tai ydinaineiden yhdistelmä lisätään sen jälkeen tähän seokseen ja sekoitetaan voimakkaasti aineen jakamiseksi yhtenäisesti seokseen. Sitten dispersio syötetään lämpösäädettyyn sumutussuuttimeen ja sumutus jähmetetään. Käsitteellä "sumutus jähmetetään" tarkoitetaan tässä hienojakoisten, pienten nestepisaroiden kiinteyttämistä, pisaroiden jäähtyessä

ja kiinteytyessä sen jälkeen kun ne osuvat ympäröivän ilmakehän kylmempään lämpötilaan. Suuttimen paine on säädetty kontrolloimaan hiukkaspisaroiden kokoa. Pisarat jäähtyvät ja jähmettyvät heti, kun ne tulevat ulos suuttimesta ja kohtaavat kylmemmän ympäristön. Tuloksena on kuiva hiukkanen tai agglomeraatti, joka on muodoltaan suurin piirtein soikea tai pallomainen. Tässä tilassa ydinainehiukkaset sitoutuvat yhteen hydrofobisen matriisin kanssa, joka ei kuitenkaan riittävästi päällystä ydinainetta, antaakseen sille täyden suojan ympäristöä vastaan. Sen jälkeen agglomeroituneet hiukkaset seulotaan toivotun koon saavuttamiseksi, kuten edellä esitettiin. Menetelmän toinen päällystysvaihe on tarpeen, jotta saadaan vaadittava suojakalvo. Siten agglomeraatti tämän jälkeen päällystetään käyttäen tavanomaisia leijukerrosgranulaatiomenetelmiä.

Toiseen päällystykseen (esim. agglomeraatin päällystykseen) voidaan käyttää hydrofobista matriisia. On kuitenkin mainittava, että ulomman päällysteen ei tarvitse sisältää lesitiiniä ja glyseridiä komponentteina, koska ydinaineen pinnan kostuminen ei ole oleellista tässä kohdassa, kun se on huomioitu jo ensimmäisessä päällystyksessä. Siten ulomman päällysteen tarvitsee sisältää ainoastaan rasvahappo- ja vahakomponentti ja mieluummin molemmat. Mieluummin ulompi päällyste sisältää hydrattua palmuöljyä ja parafiinivahaa vastaavasti määrinä, jotka ovat noin 61 % - noin 90 % ja 10 % - noin 40 %. Lopullinen tuote on hienojakoinen, kuiva hiukkanen ja sillä tarkoitetaan tässä selityksessä käyttösystemiä. Käyttösystemin sulamisalue on mieluummin noin 20°C - noin 90°C ja kaikkein mieluummin noin 35°C -noin 38°C, siten, että se sulaa ja vapauttaa ydinaineen ihmisen kehon normaalissa lämpötilassa.

Vaihtoehtoisena, mutta vähemmän edullisena menetelmänä on hydrofobisen matriisin ja ydinaineen homogeenisen seoksen

jäähdyttäminen kalvoiksi ja sen jälkeen tapahtuva jauhaminen hiukkasiksi, jotka ovat kooltaan noin 30 - noin 200 USA standardiyksikköä (U.S. standard mesh) (noin 600 - noin 75 mikronia). Sen jälkeen jauhetut hiukkaset voidaan päällystää hydrofobisella seoksella, käyttäen tavanomaisia leijukerrosgranulaatiomenetelmiä. Eräs toinen vaihtoehtoinen menetelmä käyttösystemin muodostamiseksi on sellainen, jossa ydinaine sumutuskuivataan tunnetun sideaineen, kuten selluloosan tai polyvinyylipyrrolidonin ja vastaavien kanssa aggregaatin muodostamiseksi. Sen jälkeen aggregaatti päällystetään hydrofobisella päällystysmatriisilla käyttäen tavanomaisia leijukerrosgranulaatiomenetelmiä, jotka alan ammattimies hyvin tuntee. Nämä vaihtoehtoiset menetelmät eivät kuitenkaan ole yhtä tehokkaita valmistettaessa käyttösystemejä kuin edullisin menetelmä.

On tärkeätä huomata, että edullinen, keksinnön mukainen menetelmä sisältää nestemäisen, hydrofobisen matriisiydinaineen sumutusjähmettämisen, jota seuraa leijukerrosgranulaatio, jolloin tuloksena on huomattavasti ja yllättäen saatu parempi päällyys ydinaineelle. Ei sumutusjähmetys eikä leijukerrosgranulaatio yksin muodosta riittäviä suojapäällysteitä käyttösystemille ja ne johtavat epästabiilisuuteen ja ydinaineen ennenaikaiseen vapautumiseen. Jähmettymisvaiheessa muodostuu ydinaineen ja hydrofobisen matriisin agglomeraatit. Matriisi sitoo yhteen ydinhiukkaset mutta päällystää ainoastaan osittain ytimen. Ydinaine päällystyy "sattumanvaraisesti" siinä mielessä, että on puhdas sattuma, jotta matriisi täydellisesti päällystää tai ympäröi aineen, erityisesti jos aine on vaikeasti päällystettävä.

Leijukerrosgranulaatio on tarpeellinen, jotta saavutetaan yhtenäinen päällyys ydinaineen (sisustan) suojelemiseksi. Esimerkiksi muodoltaan sauvamaisilla tai neulasmaisilla maakeutusaineilla, kuten aspartaamilla, sumutusjähmetysmene-

telmä suuntaa aspartaamikiteet agglomeraatiksi, joka on huomattavasti helpompi päällystää, esim. agglomeraatti, joka on suurin piirtein soikea tai pallomainen muodoltaan (katso kuvio 2), on sen jälkeen helpompi päällystää yhtenäisesti leijukerroksessa. Makeutusaineiden, kuten aspartaamin leijukerospäällystys yksin ei tuota tulokseksi yhtenäistä suojavaa päällystä.

Hydrofobisen matriisin ydinaineelle muodostaman suojakalvon tai -päällysteen tehokkuuteen ei vaikuta ainoastaan päällystettävän pinta-alan täydellinen päällystyminen vaan myös päällysteen paksuus. Ulkoisen hydrofobisen matriisin paksuus on likipitään esiintyvän hydrofobisen matriisin kokonaismäärän funktio, kuten seuraavasta käy ilmi.

<u>Päällyste*</u>	<u>Paksuus**</u>	<u>Liukeneminen***</u>
300 %	29	N.D. (ei havaittavissa)
200 %	22	N.D.
100 %	13	N.D.
50 %	7	0.3 %
30 %	3	7.57 %
0 %	0	17.64

* hydrofobisen matriisin ulompi päällyste prosentteina laskettuna välituoteagglomeraatin painosta.

** osoittaa ulomman päällysteen suhteellisen paksuuden agglomeraattiin nähden ilmoitettuna prosentteina agglomeraatin itsensä halkaisijasta.

*** käyttösystemi asetettu veteen 25°C:seen 1 tunnin ajaksi. Prosenttiluku osoittaa veteen liunneen aspartaamin määrän.

Kuten taulukosta voidaan todeta, ulomman, toisen päällysteen (esim. agglomeraatin leijukerrospäällysteen) paksuus on suurempi käytettäessä korkeampia päällysteprosentteja. Paksumpi päällyste antaa suurimman suojan ydinaineelle, tässä tapauksessa aspartaamille.

Tasapaino on kuitenkin säilytettävä, niin että liian paksua päällystettä ei käytetä, koska se estää ydinaineen kunnollisen vapautumisen. On määritetty, että käytettäessä ulkoista päällystettä määrinä, jotka ovat noin 200 - noin 300 % agglomeraatin painosta, saadaan maksimaalinen suoja, johon liittyy ohjattu vapautuminen. Käytettäessä ulkoista päällystettä vähemmän kuin 30 % agglomeraatin painosta, ei saada muodostettua paksuutta, joka antaisi riittävän suojan ydinaineelle. Kuten edellä esitetystä taulukosta voidaan todeta, mitä vähemmän päällystettä käytetään, sitä alhaisempi päällystepaksuus ja sitä suurempi ydinaineen (makeutusaineen) liukeneminen käyttösysteemistä, kuten liukoisuusarvot osoittavat. Nämä arvot määritettiin hämmentämällä tiettyä määrää käyttösysteemiä 25°C:ssa vedessä 1 tunti. Veteen liunneen ydinaineen (makeutusaineen) määrä mitattiin sen jälkeen ja sitä käytettiin päällysteen tehokkuuden indikaattorina, kosteuskalvona (moisture barrier). Kuten tulokset osoittavat vedessä ei havaittu yhtään makeutusainetta (aspartaamia), kun päällyste oli suurempi kuin 200 % agglomeraatin painosta. Tämä osoittaa, että päällysteen paksuus ja yhtenäisyys oli erittäin tehokas estämään kosteuden tunkeutumisen ja reagoimisen aspartaamin kanssa. Päällysteillä, jotka olivat 30 % tai vähemmän agglomeraatin painosta, havaittiin huomattavia määriä aspartaamia liuotuskokeessa, osoittaen veden tunkeutumisen päällysteen läpi. Kun agglomeraatilla ei käytetty päällystettä ollenkaan tapahtui aspartaamin huomattava liukeneminen.

Käyttösysteemi lopullisessa muodossaan on kuiva, pallomainen hiukkanen, kooltaan USA:n standardiyksiköissä noin 200 - noin 30 mesh ja mieluimmin noin 150 - noin 70 mesh.

Käyttösysteemiä voidaan käyttää suojaamaan aineita, kuten makeutusaineita, makuaineita ja vastaavia.

Mitä tulee purukumikoostumukseen, jossa uutta käyttösysteemiä voidaan käyttää, vaihtelee käytetyn kumiperusaineen määrä suuresti riippuen eri tekijöistä, kuten käytetystä perusaineesta, halutusta konsistenssista ja muista lopullisen tuotteen valmistamiseen käytetyistä komponenteista. Yleensä määrät, jotka ovat noin 5 % - noin 45 % lopullisen purukumikoostumuksen painosta ovat hyväksyttäviä käytettäväksi purukumikoostumuksissa, edullisten määrien ollessa noin 15 % - noin 25 % painosta. Kumiperusaine voi olla mikä tahansa veden liukenematon, alalla hyvin tunnettu kumiperusaine. Kuvaavia esimerkkejä sopivista polymeereista kumiperusaineissa ovat sekä luonnolliset että synteettiset elastomeerit ja kumit. Esimerkiksi sellaisia polymeereja, jotka ovat sopivia kumiperusaineisiin, ovat näihin rajoittumatta, kasveista saatavat aineet, kuten chicle, jelutong, guttaperkka ja kruunukumi (crown gum). Synteettiset elastomeerit, kuten butadieni-styreenikopolymeerit, isobutyleeni-isopropeenikopolymeerit, polyetyleeni, polyisobutyleeni ja polyvinyyliasettaatti ja näiden seokset ovat erityisen käyttökelpoisia.

Kumiperusaineet voivat sisältää elastomeeriliuottimia, kumikomponentin pehmittämiseksi. Tällaiset elastomeeriliuottimet voivat sisältää hartsien tai modifioitujen hartsien metyyli-, glyseroli- tai pentaerytritoliestereitä, kuten hydrattuja, dimeroituja tai polymeroituja hartseja tai näiden seoksia. Esimerkkejä elastomeeri-liuottimista, jotka ovat sopivia käytettäväksi tässä, ovat osittain hydratun kantohartsin pentaerytritoliesteri, kantohartsin pentaerytritoliesteri, kantohartsin glyseroliesteri, osittain dimeroidun hartsin glyseroliesteri, polymeroidun hartsin glyseroliesteri, mäntyöljyhartsin glyseroliesteri, kantohartsin glyseroliesteri ja osittain hydrattu kantohartsi ja hartsin osittain hydrat-

tu metyyliesteri, kuten α -pineenin tai β -pineenin polymeerit, terpeenihartsit, mukaan luettuna polyterpeeni ja näiden seokset.

Liuotinta voidaan käyttää määrinä, jotka ovat noin 10 % - noin 75 %, mieluummin noin 45 % - noin 70 % kumiperusaineen painosta.

Erilaisia tavallisesti käytettyjä aineosia, kuten pehmentimiä (plasticizers) ja pehmittimiä (softeners), kuten lanoliinia, steariinihappoa, natriumstearaattia, kaliumstearaattia, glyseryylitriasetaattia, glyserolia ja vastaavia, esimerkiksi luonnollisia vahoja, petrolivahoja, kuten polyureteenivahoja, parafiinivahoja ja mikrokiteisiä vahoja voidaan myös lisätä kumiperusaineeseen erilaisten, toivottujen rakente- ja konsistenssiominaisuuksien saavuttamiseksi. Näitä yksittäisiä lisättäviä aineita käytetään yleensä määrinä, jotka ovat korkeintaan 30 % painosta ja mieluummin määrinä, jotka ovat noin 3 % - noin 20 % lopullisen kumiperusainekoostumuksen painosta.

Purukumiperusainekoostumus voi lisäksi sisältää tavanomaisia lisäaineita, kuten makuaineita, väriaineita, kuten titaani-dioksidia, emulgoivia aineita, kuten lesitiiniä ja glyseryylimonostearaattia ja lisäksi täyteaineita, kuten aluminiumhydroksidia, alumiinioksidia, aluminiumsiliikaatteja, kalsiumkarbonaattia ja talkkia ja näiden yhdistelmiä. Näitä täyteaineita voidaan käyttää kumiperusaineessa myös vaihtelevina määrinä. Mieluummin täyteaineiden määrät, silloin kun niitä käytetään, vaihtelevat noin 4 %:sta noin 30 %:iin lopullisen purukumin painosta.

Silloin kun käytetään lisämakeutusaineita, niillä tarkoitetaan niitä makeutusaineita, jotka ovat alalla hyvin tunnettuja, mukaan luettuna sekä luonnolliset että keinotekoiset

makeutusaineet. Siten lisämakeutusaineet voidaan valita seuraavasta, ei-rajoittavasta luettelosta: sokerit, kuten sakkaroosi, glukoosi (maissisiirappi), dekstroosi, inverttiso-keri, fruktoosi ja näiden seokset; sakkariini ja sen erilaiset suolat, kuten natrium- tai kalsiumsuola; syklaamihappo ja sen erilaiset suolat, kuten natriumsuola; dipeptidimakeutusaineet, kuten aspartaami; dihydrokalkoniyhdisteet; glysyrritsiini; Stevia rebaudiana (steviosidi) ja sokerialkoholit, kuten sorbitoli, sorbitolisiirappi, mannitoli, ksyli-
litoli ja vastaavat. Lisämakeutusaineilla tarkoitetaan myös ei-käymiskelpoista sokeriainetta (hydrattu tärkkelyshydrolysaatti) joka on kuvattu US-Reissue-patentissa 26,959. Myös synteettistä makeutusaineitt^ä 3,6-dihydro-6-metyyli-1-1,2,3-oksatiatsiini-4-one-2,2-dioksidia, erityisesti sen kalium - (asesulfami-K), natrium- ja kalsiumsuoloja, kuten esitetään saksalaisessa patentissa nro 2,001,017.7.

Sopiviin makuaineisiin lukeutuvat sekä luonnolliset että keinotekoiset makuaineet, ja mintut, kuten piparminttu, mentoli, keinotekoinen vanilliini, kaneli, erilaiset hedelmäaromit, sekä yksittäiset että seokset ja vastaavat. Makuaineita käytetään tavallisesti määrinä, jotka vaihtelevat riippuen yksittäisestä makuaineesta, ja voi olla esimerkiksi määrinä noin 0,5 % - noin 3 % lopullisen koostumuksen painosta. Makeutusaineita voi olla käyttösysteemissä, purukumikoostumuksessa itsessään, tai molemmissa.

Väriaineisiin, jotka ovat käyttökelpoisia tässä keksinnössä, kuuluvat pigmentit, kuten titaanidioksidi, jota voidaan lisätä määrinä aina noin 1 %:iin asti painosta ja mieluummin korkeintaan noin 0,6 % painosta. Väriaineet voivat sisältää myös muita värejä, jotka ovat sopivia ravinto-, lääke- ja kosmetiikkakäyttöön ja tunnetaan F.D & C. -väreinä ja vastaavat. Aineet, jotka ovat hyväksyttäviä edellä esitettyyn käyttöön, ovat mieluummin vesiliukoisia. Kuvaavia esimerk-

kejä ovat indigoväri, tunnettu F.D & C. Blue nro 2, joka on 5,5'-indigotindisulfonihapon dinatriumsuola. Samalla tavalla väri, joka tunnetaan nimellä F.D. & C.Green nro 1, sisältää trifenyylimetaanivärin ja on 4-(4-netyyli-p-sulfobentsyyliamino)difenyylimetyyliene)-(1-(N-etyyli-N-p-sulfoniumbentsyyli)-2,5sykloheksadieeni-imiinin mononatriumsuola. Kaikkien F.D. & C. ja D. & C. värien rekisteri ja niiden vastaavat kemialliset rakenteet voi löytää julkaisusta Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, Vol. 5, siv. 857-884, mikä teksti liitetään tähän selitykseen viitejulkaisuna.

Keksinnön mukaiset purukumit voivat olla missä tahansa alalla tunnetussa muodossa, kuten tankokumina, levykumina, möykkykumina, liuskakumina, kovapäällysteisenä kumina, tabletoituna kumina sekä keskus-täytteenä kumina.

Keksinnön mukaisten purukumikoostumusten valmistusmenetelmä on seuraava. Kumiperusaine sulatetaan (noin 85 - noin 90°C:ssa), jäähdytetään 78°C:seen ja asetetaan etukäteen lämmitettyyn (60°C) standardi sekoituskattilaan, joka on varustettu sigmaterillä. Lesitiini lisätään ja sekoitetaan. Seuraavaksi lisätään annos sorbitolia ja glyserolia ja sekoitetaan vielä 3-6 minuuttia. Sekoituskattila merkitään jonka jälkeen mannitoli ja jäljellä oleva sorbitoli ja glyseroli lisätään, ja sekoittamista jatketaan. Tällöin ilman makuainetta olevan purukumin lämpötila on noin 39-42°C. Sen jälkeen lisätään makuöljy ja seos yhdistetään perusaineeseen ja sekoittamista jatketaan. Lopuksi käyttösysteemi, joka sisältää ydinaineen, lisätään ja sekoitetaan vielä 1-10 minuuttia. Käyttösysteemi lisätään viimeisenä aineosana. Lopullisen kumin lämpötila on noin 39-43°C. Sen jälkeen purukumikoostumus poistetaan kattilasta, valssataan, leikataan ja valmistetaan purukumipalasiksi.

Seuraavat esimerkit kuvaavat edelleen keksintöä, niiden tarkoituksena ei kuitenkaan ole millään tavoin rajoittaa keksinnön piiriä. Kaikki prosentit selityksessä ovat painoprosentteja laskettuna lopullisesta käyttösysteemistä, ellei toisin mainita.

Esimerkki 1:

Tämä esimerkki kuvaa edullista uutta käyttösyteemikoostumusta ja sen valmistusmenetelmää. Seos, jossa oli 333,3 g hydrattua palmuöljyä ja 41,7 g monoglyseridiä, sulatettiin noin 85°C:n lämpötilassa. Tähän seokseen lisättiin 41,7 g lesitiiniä ja sekoitettiin, kunnes se liukeni. Tässä kohdassa seos on homogeeninen. Seuraavaksi lisätään 83,3 g aspartaamia ja sekoitetaan voimakkaasti makeutusaineen yhtenäisen dispersion valmistamiseksi. Sen jälkeen sulatettu seos syötetään lämpösäädettyyn korkeapainesuuttimeen ja sumutetaan säädetyssä paineessa hiukkasmaisten pienten pisaroiden muodostamiseksi, jotka ovat kooltaan noin 160 - noin 30 mesh USA standardikokoa. Hiukkaset, jotka ovat näiden rajojen ulkopuolella, seulotaan pois. Pisarat jähmettyvät sen jälkeen, kun ne tulevat kosketukseen kylmemmän ilman kanssa, muodostaen kuivan jauheen. Tämä jauhe on selityksessä mainittu agglomeraatti. Sen jälkeen agglomeraatti päällystetään sulatetulla seoksella, jossa on 1275 g hydrattua palmuöljyä ja 225 g parafiinivahaa, käyttäen tavanomaisia leijukerrosgranulaatiomenetelmiä. Käytetään leijukerrosgranulaattoria Glatt GPC-15. Sulatetun seoksen sisäänsyöttölämpötila on noin 55°C - noin 65 °C ja ulostulolämpötila noin 35°C - noin 40°C. Sumutuksen nopeus on noin 80 ml/minuutti paineen ollessa noin 3 baaria. Sumutus suunnataan aspartaamivirtaan, joka on suspendoituna laitteessa, joka aikaansaa voimakkaan ylöspäin kulkevan ilmavirran, jossa makeutusaine liikkuu. Aspartaamivirta kulkee sulatetun päällystysaineen hienojakoisen, pienten pisaroiden muodostaman vyöhykkeen läpi, jonka jälkeen näin päällystyneet hiukkaset kulkeutuvat pois päin ylöspäin

kulkevasta virtauksesta ja taas alaspäin leijutilassa kuumennuttua leijukerroskaasuvirtaa vastaan, jolloin ne kuivuvat ja voidaan saattaa uudelleen virtaamaan ylöspäin päällystysvyöhykkeeseen toisen, erillisen päällystykseen suorittamiseksi. Edellä esitetty menetelmä ja siihen liittyvät laitteet tunnetaan nimellä Wurster-menetelmä. Tämä menetelmä on esitetty yksityiskohtaisesti US-patentissa nro 3,098,824; 3,117,027, 3,196,827, 3,241,520 ja 3,253,944.

Muodostunut käyttösysteemi makeutusaineelle on kuiva jauhe.

Esimerkki 2:

Keksinnön mukainen käyttösysteemi makeutusaineelle valmistettiin käyttäen esimerkin 1 menetelmää, jossa käytettiin 300 g rapsiöljyä, 30 g monoglyseridiä, 50 g lesitiiniä ja 40 g aspartaamia. Agglomeraatti muodostettiin samalla tavalla kuin esimerkissä 1, jonka jälkeen se päällystettiin käyttäen leijukerrostekniikkaa ja siinä sulaa seosta, jossa oli 400 g hydrattua palmuöljyä ja 100 g parafiinivahaa.

Esimerkki 3:

Esimerkin 2 menetelmä toistettiin käyttäen samoja ainemääriä agglomeraatin valmistamiseksi. Toinen leijukerrospäällystys suoritettiin kuitenkin käyttäen sulatettua seosta, jossa oli 380 g rapsiöljyä ja 120 g mikrokiteistä vahaa.

Esimerkki 4:

Vertailun vuoksi edellä viitatus julkaisun EPA 81110320.9 menetelmä suoritettiin, jättäen pois polysakkaridikomponentti, jotta voitaisiin suorittaa todellinen vertailu keksinnön mukaiseen menetelmään. Sulatettu seos, jossa oli 120 g hydrattua palmuöljyä, 20 g monoglyseridiä, 20 g lesitiiniä ja 30 g aspartaamia, valmistettiin viitteen esimerkin 1 mukaisella menetelmällä. Seos jäähdytettiin kiinteytyvän massan muodostamiseksi, jonka jälkeen se jauhettiin lopullisen, kapseloidun tuotteen valmistamiseksi.

Sen jälkeen tuote valokuvattiin 145 x suurentavan mikroskoopin alla ja kuva on esitetty kuviossa IV. Kuten valokuva selvästi osoittaa, päällysteellä on epäsäännöllinen ja satumanvarainen luonne. Tätä verrataan kuviossa III esitettyyn keksinnön mukaiseen tulokseen, joka saadaan sumutusjähmetysleijukerrosmenetelmällä. Kuviossa III on selvästi nähtävissä tämän keksinnön mukaiset pallomaiset, yhtenäiset päällysteet, agglomeraatilla, joka on päällystetty käyttäen toisessa päällystyksessä 200 % päällystettä aggregaatin painosta laskettuna.

Esimerkki 5:

Esimerkin 1 menetelmä toistettiin käyttäen samoja aineita ja määriä, ainoastaan aspartaami korvattiin käyttämällä 83 g sakkariinia.

Esimerkki 6:

Esimerkin 1 menetelmä toistettiin käyttäen samoja aineita paitsi makeutusaine koostui 12,5 g:sta aspartaamia ja 70,5 g:sta sakkariinia.

Esimerkki 7:

Purukumikoostumus, joka sisältää uuden käyttösynteesin, jossa ydinaineena on aspartaami, valmistetaan seuraavassa esitettynä valmisteena, käyttäen tavanomaisia purukumin valmistusmenetelmiä:

<u>aineosat</u>	<u>paino-osat</u>
kumiperusainetta	23
glyserolia	15
lesitiiniä	0,5
mannitolia	8,0
sorbitolijauhetta	49,2
esimerkin 1 käyttösynteesiä (sisältäen aspartaamia)	2,1
viherminttuaromia	1,2

Kumiperusaine sulatetaan ($85-90^{\circ}\text{C}$), jäähdytetään 78°C :seen ja laitetaan etukäteen lämmitettyyn (60°C) standardi sekoitusastiaan, joka on varustettu sigmaterillä. Lisätään lesitiini ja sekoitetaan 2 minuuttia. Seuraavaksi lisätään $2/3$ sorbitolista ja $1/3$ glyserolista ja sekoitetaan lisää $4\frac{1}{2}$ minuuttia. Sekoituskattila jäähdytetään, saattamalla kylmä vesi kiertämään kattilassa. Sen jälkeen lisätään mannitoli, $1/3$ sorbitolista ja $2/3$ glyseriinistä ja sekoittamista jatketaan noin 4 minuuttia. Tällöin makuainetta sisältämättömän purukumin lämpötila on noin $39-42^{\circ}\text{C}$. Sitten lisätään makuöljy ja yhdistetään perusaineeseen ja seosta sekoitetaan vielä noin 3 minuuttia. Lopuksi aspartaamin sisältävä käyttösysteemi lisätään ja seosta hämmennetään vielä 3 minuuttia. Lopullisen kumin lämpötila on noin $39-43^{\circ}\text{C}$. Sen jälkeen purukumikoostumus poistetaan astiasta ja valmistetaan nauhoiksi, jotka ovat paksuudeltaan $0,18\text{ cm}$ ja jäähdytetään huoneen lämpötilaan.

Tämän esimerkin mukaisen purukumivalmisteen arvioimiseksi suoritettiin vertailu samanlaisen kumivalmisteen (kontrolli A) kanssa, joka valmistettiin ilman keksinnön mukaista käyttösysteemiä käyttäen vapaata aspartaamijauhetta.

Koostumusten makeus arvioitiin purutesteissä, joissa viiden asiantuntijan muodostama ryhmä pureskeli purukuminäytetteitä 15 minuutin ajan. Pureskeluajan jälkeen massassa jäljellä olevan makeutusaineen määrä määritettiin käyttäen korkeapainenestekromatografiaa (HPLC). Tulokset on esitetty taulukossa I, ne osoittavat keksinnön mukaisilla koostumuksilla saavutetun ohjatun makeutusaineen vapautumisen ja uuttumisen.

Uuden käyttösysteemin sisältävien purukumikoostumusten stabiilisuus testattiin. Ydinaineena oli aspartaami. Muutamia purukuminäytetteitä varastoitiin 37°C :ssa, toisia huoneen lämpötilassa eri pituisia ajanjaksoja. Merkityin väliajoin

näytteet testattiin HPLC:llä aspartaamin toteamiseksi. Havaitun aspartaamin määrä osoittaa uuden käyttösynteen kykyä suojata ydinainetta kosteudelta, lämpötilojen ja pH-arvojen muutoksilta. Tulokset on esitetty taulukossa II.

Esimerkki 8:

Tässä esimerkissä kuvataan purukumikoostumuksen valmistamista, jossa koostumuksessa uusi käyttösyntee sisältää ydinaineina aspartaamin ja sakkariinin yhdistelmän. (Käytettiin esimerkin 6 käyttösynteeiä).

Aineosat	Purukumikoostumuksen paino-osat
kumiperusainetta	24,0
glyserolia	15
lesitiiniä	0,5
mannitolia	8,0
sorbitolijauhetta	45,7
esimerkin 6 käyttösynteeiä (sisältää aspartaamia ja sakkariinia)	3,6
viherminttuaromia	1,2

Käytettiin esimerkissä 7 esitettyä purukumin valmistusmenetelmää. Purukuminäytteet testattiin ennen käyttösynteen varsinaisen makeutusainepitoisuuden määrittämistä. Pureskelukeet suoritettiin siten, että kumipalasia pureskeltiin noin 15 minuutin ajan. Jokainen pureskeltu massapala kerättiin ja testattiin siinä olevan makeutusaineen määrä. Sen jälkeen määritettiin pureskelun aikana uuttuneen makeutusaineen määrä. Kuten taulukko I osoittaa, keksinnön mukainen käyttösynteei vapauttaa makeutusaineen ohjatusti, mistä on todisteena makeutusaineen uuttuminen 67-prosenttisesti pureskelun aikana. Tämä on huomattavasti paremmin kuin tunnetussa tekniikassa (kontrolli A, B ja esimerkki 9) joissa kaikki makeutusaine (100 %) uuttui pureskelun aikana.

Aspartaamin stabiilisuudet käyttösystemissä tutkittiin myös. Taulukossa II esitetyt arvot osoittavat selvästi keksinnön mukaisten purukumikoostumusten ylivoimaisuuden tunnettuun tekniikkaan verrattuna, kun kysymyksessä on stabiilisuus.

Esimerkki 9:

Tämä on vertailuesimerkki, jossa käytetään julkaisussa EPA 81110320.0 esitettyä koostumusta (katso esimerkki 4) purukumituotteessa. Käytettiin esimerkin 7 purukumikoostumusta ja siinä 850 ppm aspartaamia ydinaineena. Kuten taulukot I ja II osoittavat, tässä vertailussa saadut tulokset ovat alhaisemmat keksinnön mukaisille koostumuksille kontrolloidun makeutusaineen vapautumisen ja stabiilisuuden suhteen.

Esimerkki 10:

Tässä esimerkissä kuvataan keksinnön mukaisia purukumikoostumuksia, joissa ydinaine on sakkariini, (katso esimerkki 5):

aineosat	paino-osat
kumiperusainetta	24,2
glyserolia	5,0
70-prosenttista sorbitoliliuosta	25
lesitiiniä	0,5
mannitolia	8,0
sorbitolijauhetta	31,7
esimerkin 5 käyttösystemiä	
(sisältää sakkariinia)	2,4
kaneliaromia	1,2

Purukumin valmistusmenetelmä oli sama kuin esimerkissä 7. Sorbitoliliuos ja glyseroli sekoitetaan etukäteen ja lisätään kumiseokseen tavanomaiseen tapaan. Tässä esimerkissä valmistettujen purukumikoostumusten arvioimiseksi valmistet-

tiin myös kontrollikumivalmiste (kontrolli B) käyttäen samoja aineosia paitsi että vapaalla sakkariinijauholla korvattiin käyttösystemi. Sakkariinin purukokeet suoritettiin taas käyttäen viiden asiantuntijan muodostamaa ryhmää, jotka pureskelivat kuminäytteitä 15 minuutin ajan. Puruajan jälkeen jäljellä olevan makeutusaineen määrä määritettiin HPLC:llä. Tulokset on esitetty taulukossa 1 ja ne taas osoittavat hitaasti vapautuvan makeutusaineen uuttumista, mikä saavutetaan keksinnön mukaisilla koostumuksilla selvällä erolla tunnettuun tekniikkaan nähden.

Taulukko 1

Purukuminäyte	Makeutusaine	% makeutusainetta uuttui 15 minuutin jälkeen
Kontrolli A (tunnettu)	aspartaami	100
Esimerkki 7 (keksinnön mukainen)	aspartaami	64
Esimerkki 8 (keksinnön mukainen)	aspartaami/ sakkariini	67
Esimerkki 9 (tunnettu)	aspartaami	100
Kontrolli B (tunnettu)	sakkariini	100
Esimerkki 10 (keksinnön mukainen).	sakkariini	62

Taulukko II

aspartaamipitoisuus (ppm)

Purukuminäyte	Teoreettinen*	alussa**	1 vko		2,5 vko		4 vko		10 vko	
			RT+	37°C	RT	37°C	RT	37°C	RT	37°C
Kontrolli A	850	832	730	420	570	220	437	-	280	-
Esimerkki 7	850	840	842	837	845	834	822	841	835	830
Esimerkki 8	226	224	222	218	220	215	201	211	206	204
Esimerkki 9	850	816	782	590	667	353	516	108	389	-

* Aspartaamin määrä, jonka on laskettu olevan purukumituotteessa ja joka on peräisin uudesta käyttösystemistä.

** Aspartaamin määrä, joka on saatu purukumituotteesta kekeellisesti.

+ Tarkoittaa huoneen lämpötilaa.

Keksinnön ollessa täten kuvattu, on selvää, että sitä voidaan muunnella monin eri tavoin. Tällaisten muunnoksien ei voida katsoa poikkeavan keksinnön hengestä ja piiristä vaan kaikki tällaiset modifikaatiot kuuluvat seuraavien patentti-vaatimusten piiriin.

PATENTTIVAATIMUKSET

1. Purukumikoostumus, joka sisältää kumiperusaineen ja säilyvän makeutusainekäyttösystemin, joka kykenee ohjatusti vapauttamaan makeutusaineen, t u n n e t t u siitä, että se sisältää:

A) ainakin yhden kiinteän, luonnollisen tai keinotekoisen voimakkaan makeutusaineen, joka on aminohappoperustainen makeutusaine, dipeptidimakeutusaine, glysyrritsiini, sakkariini tai sen suola, asesulfamisuolet, syklimaatti, steviosidi, taliini, dihydrokalkoniyhdiste tai näiden seos; ja

B) hydrofobisen matriisin, joka sisältää olennaisesti (i) lesitiiniä

(ii) syötäväksi kelpaavaa ainetta, jonka sulamispiste on noin 25°C - noin 100°C ja joka on (a) rasvahappo, jonka jodiluku on noin 1 - noin 10 (b) luonnollinen vaha (c) syntetttinen vaha tai (d) näiden seos; ja

(iii) ainakin yhden glyseridin.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen purukumikoostumus, t u n n e t t u siitä, että makeutusainetta on noin 0,01 % - noin 50 % käyttösystemin painosta.

3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen purukumikoostumus, t u n n e t t u siitä, että makeutusaine on aspartaami ja sitä on noin 0,01 % - noin 25 % käyttösystemin painosta.

4. Patenttivaatimuksen 1 mukainen purukumikoostumus, t u n n e t t u siitä, että makeutusaine on sakkariini ja sen suolat ja niitä on noin 0,01 % - noin 50 % käyttösystemin painosta.

5. Patenttivaatimuksen 1 mukainen purukumikoostumus, t u n n e t t u siitä, että makeutusaine on yhdistelmä, jossa on korkeintaan 25 % aspartaamia ja noin 1 % - noin 50 % sakka-riinia ja sen suoloja käyttösysteemin painosta.

6. Patenttivaatimuksen 5 mukainen purukumikoostumus, t u n n e t t u siitä, että makeutusaine lisäksi sisältää noin 0,1 % - noin 50 % kaliumasesulfamia käyttösysteemin painosta.

7. Patenttivaatimuksen 1 mukainen purukumikoostumus, t u n n e t t u siitä, että lesitiini on puhtaudeltaan ainakin 95-prosenttisesti asetoniin liukenematonta.

8. Patenttivaatimuksen 7 mukainen purukumikoostumus, t u n n e t t u siitä, että lesitiini liukenee hydrofobisen mat-riisin syötäväksi kelpaavaan aineeseen.

9. Patenttivaatimuksen 1 mukainen purukumikoostumus, t u n n e t t u siitä, että rasvahappo on hydrattu palmuöljy, hydrattu palmuydinöljy, hydrattu maapähkinäöljy, hydrattu rapsiöljy, hydrattu riisileseöljy, hydrattu soi-japapuuöljy, hydrattu puuvillansiemenöljy, hydrattu auringonkukkaöljy tai näiden seos.

10. Patenttivaatimuksen 9 mukainen purukumikoostumus, t u n n e t t u siitä, että rasvahappoa on noin 61 % - noin 95 % käyttösysteemin painosta.

11. Patenttivaatimuksen 9 mukainen purukumikoostumus, t u n n e t t u siitä, että rasvahappo on puhdistettu, hydrattu palmuöljy ja sitä noin noin 63 % - noin 90 % käyttösysteemin painosta.

12. Patenttivaatimuksen 9 mukainen purukumikoostumus, t u n n e t t u siitä, että monoglyseridiä tai diglyseridiä on noin 0,5 % - noin 20 % käyttösysteemin painosta.

13. Patenttivaatimuksen 12 mukainen purukumikoostumus, t u n n e t t u siitä, että monoglyseridi on tislattuna monoglyseridiä ja sitä on noin 1 % - noin 3 % käyttösystemin painosta.

14. Patenttivaatimuksen 12 mukainen purukumikoostumus, t u n n e t t u siitä, että siinä on lesitiiniä noin 0,5 % - noin 9 %.

15. Patenttivaatimuksen 13 mukainen purukumikoostumus, t u n n e t t u siitä, että sen sulamispiste on noin 45°C - noin 70°C.

16. Patenttivaatimuksen 1 mukainen purukumikoostumus, t u n n e t t u siitä, että kumiperusaine sisältää elastomeerin, joka on luonnollinen kumi, synteettinen kumi tai näiden seos.

17. Patenttivaatimuksen 16 mukainen purukumikoostumus, t u n n e t t u siitä, että kumiperusaine-elastomeeri on chicle, jelutong, balata, guttaperkka, lechi -capsi, sorva, butadieeni-styreeni-kopolymeeri, polyisobutyleeni, isobutyleeni, isopreeni-kopolymeeri, polyetylenei, polyvinyyliasettaatti tai näiden seos.

18. Patenttivaatimuksen 17 mukainen purukumikoostumus, t u n n e t t u siitä, että kumiperusainetta on noin 15 % - noin 45 % lopullisen purukumikoostumuksen painosta.

19. Patenttivaatimuksen 1 mukainen purukumikoostumus, t u n n e t t u siitä, että siinä on lisäksi täyteaineita, väriaineita, makuaineita, pehmittimiä, pehmentimiä, elastomeereja, elastomeeriliuottimia, makeutusaineita ja näiden seoksia.

20. Patenttivaatimuksen 1 mukainen purukumikoostumus, t u n n e t t u siitä, että käyttösystemi sisältää lisäksi makuaineen.

21. Patenttivaatimuksen 20 mukainen purukumikoostumus, t u n n e t t u siitä, että makuaine on viherminttuöljy, kaneliöljy, talvikkiöljy (metyylisalisylaatti), piparminttuöljy, sitruunaöljy, appelsiiniöljy, viinirypäleöljy, limeöljy, grapeöljy, omenaesanssi, mansikkaesanssi, kirsikkaesanssi, ananasesanssi, banaaniöljy tai näiden seos.

22. Menetelmä purukumikoostumuksen valmistamiseksi, jolla on parannetut, jatkuvasti makeutusainetta vapauttavat ominaisuudet, t u n n e t t u siitä, että

1) valmistetaan makeutusainekäyttösystemi, jossa ydinaine suojataan matriisipäällysteellä, joka valmistetaan menetelmällä, jossa

A) muodostetaan makeutusaineen agglomeraatti hydrofobiseen matriisipäällysteeseen, jolloin hydrofobinen matriisipäällyste sulatetaan ja siihen dispergoiaan makeutusaine yhtenäisesti; dispersio syötetään lämpösäädettyyn korkeapainesuutussuuttimeen; dispersio hajotetaan pieniksi pisaroiksi kontrolloidussa paineessa, jolloin hiukkaskoko voidaan pitää välillä noin 200 - noin 30 mesh; jähmettyneet, kuivat pallomaiset hiukkaset kerätään; ja

B) agglomeroituneet hiukkaset päällystetään suspendoimalla hiukkaset ilmavirtaan, joka kulkee toisen hydrofobisen aineen hienojakoisten pienten pisaroiden muodostaman vyöhykkeen läpi;

2) muodostunut käyttösystemi lisätään kumiperusaineen homogeneeseen seokseen ja jäljellä oleviin purukumin aineosiin; ja

3) muodostunut seos valmistetaan sopiviksi purukumipaloiksi.

23. Patenttivaatimuksen 22 mukainen menetelmä, t u n n e t-
t u siitä, että makeutusainekäyttösysteemi lisätään viimei-
sessä vaiheessa purukumikoostumukseen lämpötilassa noin
39°C - noin 43°C.

25



FIG.1



FIG.2



FIG.3

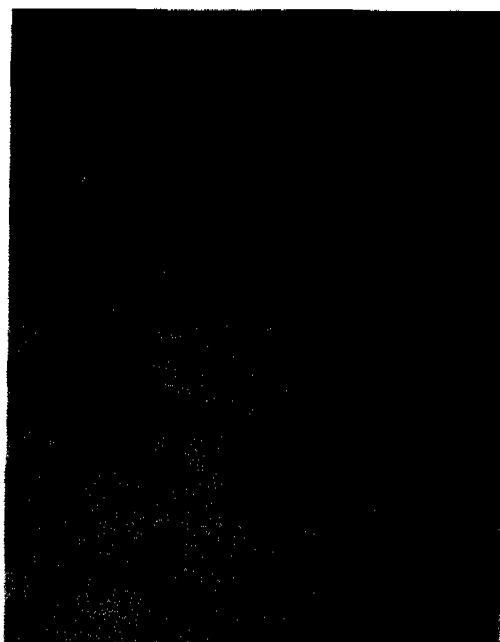


FIG.4