

**DESCRIÇÃO**  
**DA**  
**PATENTE DE INVENÇÃO**

**N.º** 85 615


**REQUERENTE:** WARNER-LAMBERT COMPANY, norte-americana,  
industrial e comercial, com sede em 201  
Tabor Road, Morris Plains, New Jersey 07950,  
Estados Unidos da América

**EPÍGRAFE:** "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA  
COMPOSIÇÃO ESTAVEL PARA PASTILHAS  
ELÁSTICAS COM AROMA DE CANELA"

**INVENTORES:** Subraman Rao Cherukuri, Gul Mansukhani  
Kapakkamanni Chackos Jacob

Reivindicação do direito de prioridade ao abrigo do artigo 4.º da Convenção de Paris  
de 20 de Março de 1883.

Estados Unidos da América, em 23 de Dezembro de 1986,  
sob o No. 945,745



Memória descritiva referente à patente de invenção de WARNER-LAMBERT COMPANY, norte-americana, (estado: New Jersey), industrial e comercial, com domicílio em 201 Tabor Road, Morris Plains, New Jersey 07950, Estados Unidos da América (inventores: Subraman Rao Cherukuri, Gul Mansukhani e Kapakkamannil Chackos Jacob, residentes nos Estados Unidos da América), para "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO ESTÁVEL PARA PASTILHAS ELÁSTICAS COM AROMA DE CANELA".

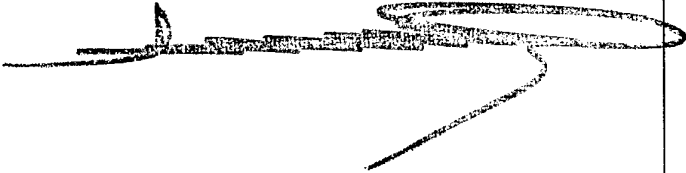
Memória descritiva

ÂMBITO DA INVENÇÃO

A presente invenção refere-se a composições estáveis para pastilhas elásticas com aroma de canela contendo edulcorantes artificiais como por exemplo edulcorantes de dipéptide e aminoácido. Mais particularmente a presente invenção refere-se a composições para pastilhas elásticas contendo sistemas de libertação de edulcorantes que evitam a interacção dos aromas de canela com os edulcorantes.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

Sabe-se desde há muito tempo que os aromas de canela são muito reactivos com certos ingredientes em compo-

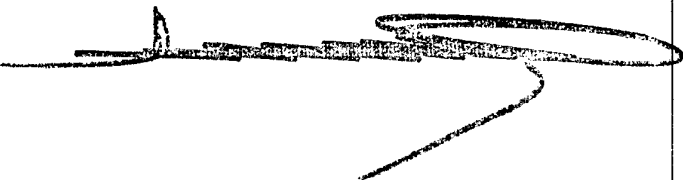


sições para pastilhas elásticas, fazendo com que o produto final apresente uma ou outra forma de instabilidade. A instabilidade pode manifestar-se de várias maneiras diferentes, como por exemplo, inchamento, alterações na textura, gosto, cor e propriedades semelhantes. A degradação de certos edulcorantes como por exemplo o aspartamo na presença de aromas de canela é um exemplo das dificuldades encontradas quando se tenta obter gomas com aroma de canela sem açúcar.

Foram referidas numerosas tentativas na técnica para se formular revestimentos para proteger edulcorantes como por exemplo aspartame. Uma dessas tentativas é encontrada na patente US 4 597 970, em que se apresenta um sistema de libertação de edulcorante eficaz que protege o edulcorante dos ingredientes reactivos como por exemplo aromas de canela. Esta patente tem uma desvantagem distinta pelo facto de ocorrer a descoloração pós armazenagem quando estão presentes aromas de canela. Pensa-se que isto é devido à reacção entre o aroma de canela, aspartame e lecitina, que se pensa nesta referência ser crítica para o revestimento final. A presente invenção ultrapassa a desvantagem desta referência apresentando um sistema de libertação que é eficaz sem a incorporação de lecitina na matriz de revestimento.

A EPA 81110320.0, publicada em 16 de Junho de 1982 (Nº de publicação 0053844), de Aginometo Co., Inc., refere uma composição estabilizada de edulcorante, com base em dipéptido compreendendo (a) 20 a 60% em peso de uma gordura sólida (b) 10 a 30% em peso de um emulsionante, (c) 10 a 30% em peso de um polissacárido e (d) não mais de que 30% em peso de um edulcorante dipéptido. Preparam-se as composições aquecendo a mistura dos ingredientes, arrefecendo e pulverizando para se obter um pó ou grânulos da composição e se obter um tamanho de malhas ASIM inferior a 12. Refere-se também a secagem por pulverização.

A Patente US 4105 801 atribuída a Degliotti, refere um produto de confecção compreendendo um núcleo e uma casca aderente envolvendo o núcleo, em que se forma a casca por uma mistura íntima de microcristais de xilitol ou uma subs-

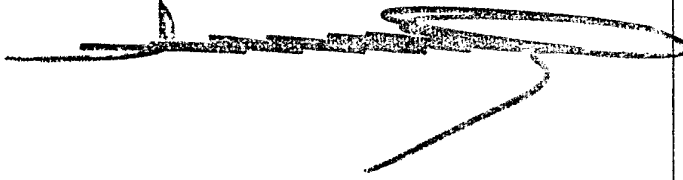


tância gordurosa sólida numa proporção de 0,5 para 15 partes em peso de substância gordurosa para 100 partes em peso de xilitol. A substância gordurosa é preferivelmente um mono- di- ou triglicérido com uma gama de fusão entre 20° e 60°C.

A patente US 1389 000 atribuída a Teyonaka et al., refere revestimentos protectores para nucleósido-5- fosfatos granulares, sendo os revestimentos gorduras alimentares, fundindo entre 40-100° C e derivados de plantas e animais. Podem-se incorporar misturas de óleos hidrogenados como por exemplo óleo de soja, óleo de semente de algodão, óleo de amêndoas, óleo de castor, óleo de semente de linhaça, óleo de mostarda, azeite, óleo de semente de toranjas, óleo de palma, óleo de semente de palma, óleo de semente de açafrão, óleo de farelo de arroz e produtos semelhantes e suas misturas. Esta referência refere um processo para a preparação do produto granular a partir de uma mistura líquida de gorduras de nucleósido-5- fosfatos que são pulverizados de um bico de pressão e os grânulos resultantes são cozidos e recobertos.

A patente US 4 382 924, atribuída a Berling, refere formas de dosagem orais líquidas para vitaminas ou substâncias farmacêuticas compreendendo um óleo alimentar, um edulcorante solúvel que é um lípido de elevada potência como por exemplo sacarina e um aroma solúvel de lípido. O óleo alimentar pode ser um éster de um ácido gordo poliálcool possuindo pelo menos 4 grupos de éster de ácido gordo e possuindo cada ácido gordo entre cerca de 8 e cerca de 22 átomos de carbono. Misturam-se o óleo, edulcorante e óleo de aroma e aquecem-se e em seguida arrefecem-se para se obter uma forma de dosagem líquida agradável.

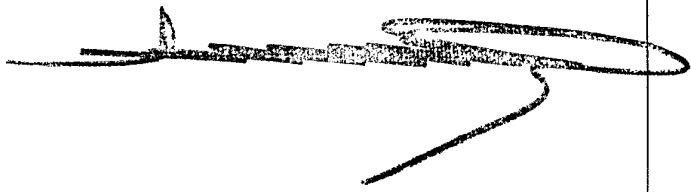
Para uma discussão geral de materiais gordos pulverizáveis em edulcorantes e produtos semelhantes ver as Patentes US 3 949 094 e 3 976 794 ambas atribuídas a Johnson, e US 3 867 556 atribuída a Darragh. A Patente US 4 293 572 atribuída a Silva et al, refere a aplicação de uma dispersão de uma gordura emulsionada com uma solução de dextrina, sacarina ou um polissacárido num produto alimentar como barreira contra a humidade. A Patente US 3 527 647 refere um processo para aglomerar par



tículas dispersando-as ao acaso e pulverizando partículas humedecidas para provocar a sua colisão e formarem aglomerados.

O problema que se relaciona com a estabilização de edulcorantes como por exemplo o aspartamo, que até agora não tinha sido estudado, refere-se à mobilidade do cristal de aspartamo bem como à sua configuração morfológica. Sabe-se que o aspartamo tem a forma de um varão, forma de agulha ou forma dendrítica. Como resultado é muito difícil de revestir o aspartamo utilizando técnicas de mistura ou pulverização vulgares. Para ser eficaz como barreiras protectoras, os revestimentos devem ser capazes de molharem e aderirem à superfície cristalina, incluindo as pontas de tipo agulha e outras variações de forma do aspartamo. Adicionalmente, o revestimento deve ser susceptível de ser aplicado num filme com uma uniformidade de espessura suficiente para fornecer uma barreira contra factores de degradação como por exemplo humidade, alterações do pH, alterações de temperatura e reagentes químicos reactivos. Os revestimentos, em adição ao seu papel de barreiras protectoras, devem ser suficientemente flexíveis para se conformarem com as irregularidades da superfície e configuração geométrica sem fissurarem devido a tensões mecânicas a que estão submetidos durante a incorporação de edulcorantes nas aplicações específicas do produto. Têm sido feitas tentativas para revestir o aspartamo utilizando técnicas de pulverização para aplicar misturas simples de gordura e lecitina mas resultarem numa fraca molhabilidade, revestimento irregular e protecção inadequada contra a humidade e outros factores potencialmente degradantes.

Descobriu-se que a mistura simples de materiais de revestimento conhecidos como por exemplo gorduras, com certos outros materiais de núcleo como por exemplo o aspartamo, não fornece protecção adequada para manter o núcleo num estado estabilizado. As gorduras não fornecem materiais de revestimento adequados, nem certos materiais de revestimento como o amido, e certos outros materiais como ceras. Muitos destes materiais necessitam de solventes e humidade para aplicação, o que tem efeitos adversos na estabilidade de materiais hidrofílicos instáveis como por exemplo o aspartamo. Por exemplo, a simples mistura de



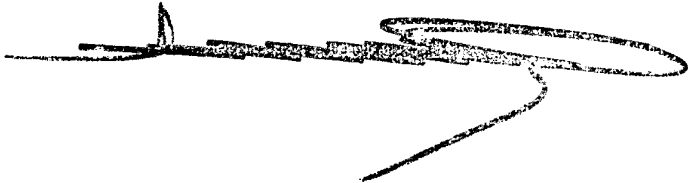
aspartamo em misturas líquidas de materiais de revestimento tradicionais, por exemplo gordura e lecitina, resultou numa fraca molhabilidade, revestimento irregular e protecção inadequada contra a humidade e produtos químicos. O resultado foi a degradação do aspartamo por exposição a estas condições. As alterações de pH e de temperatura catalisam estas condições de degradação.

O Processo da patente EPA 81110320.9 (Nº de Publicação 0053844) apresentado em 10 de Dezembro de 1981, acima discutido, é um exemplo de uma mistura simples de materiais de revestimento com aspartamo. Esta publicação refere a fusão e mistura simples de entre 20 a 60% de gordura sólida, 10 a 30% de emulsionante, 10 a 30% de polissacárido e não mais do que um edulcorante dipéptido. Arrefece-se em seguida a mistura e pulveriza-se ou seca-se por atomização. A pulverização para pó fino resulta, contudo, na rotura do revestimento, deixando exposto o aspartamo. A secagem por atomização está normalmente associada com a extracção da humidade ou solventes.

As técnicas anteriores para revestimento de materiais difíceis de revestir como por exemplo o aspartamo, foi focada em dois processos. O primeiro processo envolve a formação de uma mistura fundida do material de revestimento com o edulcorante. Solidifica-se em seguida a mistura arrefecendo e pulverizando. As partículas resultantes representam uma tentativa ocasional para revestir completamente ou envolver completamente o edulcorante.

No caso do aspartamo, este revestimento não fornece protecção adequada contra a humidade ou contra óleos aromatzantes contendo aldeído e resulta então a instabilidade do aspartamo.

A segunda técnica anterior convencional para revestir materiais envolve o revestimento por atomização num leite fluidizado. Esta técnica envolve suspender-se a massa do material a revestir com gotículas atomizadas do material de revestimento. No caso de materiais como por exemplo o aspartamo, este processo é muito difícil. O aspartamo é um material de baixa densidade, tem uma grande relação de superfície/peso, e fra-



cas características de molhabilidade. Por estas razões, o revestimento por atomização do aspartamo num sistema de leite fluidizado é difícil.

O presente processo é um aperfeiçoamento nas técnicas contemplando a atomização e inclui opcionalmente fases de revestimento adicionais. O produto resultante apresenta um marcado aperfeiçoamento na eficiência do revestimento como barreira protectora. O resultado é o aumento significativo na estabilidade do material do núcleo (edulcorante).

Assim, os sistemas de libertação da invenção, e o processo da sua preparação fornecem um revestimento protector superior para materiais de núcleo sem ocorrência das reacções químicas entre a lecitina, canela e aspartamo.

#### RESUMO DA INVENÇÃO

As composições para pastilhas elásticas com aroma de canela da presente invenção, possuindo corante, edulcorante, aroma com uma estabilidade superior, compreendem uma base de goma, um aroma de canela e um sistema de libertação de edulcorante susceptível de efectuar uma libertação controlada do edulcorante, compreendendo o referido sistema de libertação:

(A) uma gordura escolhida no grupo consistindo de óleo de palma hidrogenado, óleo de semente de palma hidrogenado, óleo de amendoim hidrogenado, óleo de semente de açafrão hidrogenado, óleo de semente de algodão hidrogenado, óleo de soja hidrogenado, óleo de girassol hidrogenado e suas misturas. Estão também contemplados óleos parcialmente hidrogenados de qualquer dos acima mencionados bem como as suas misturas;

(B) Uma cera de petróleo ou de óleo de polietileno sintético alimentar possuindo um ponto de fusão de cerca de 106°C ou superior;


(C) Um glicérido na quantidade de cerca de 0,5% a cerca de 20% em peso do peso total da composição para pastilhas elásticas; e

(D) Um edulcorante de aminoácido ou dipéptido; em que o referido edulcorante está encapsulado pela mistura dos componentes (A) a

(c).

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

Embora a presente invenção contemple um sistema de libertação para vários materiais de núcleo e suas combinações, ela é particularmente dirigida para fornecer um novo sistema de libertação para edulcorantes como por exemplo aspartamo e sacarina, agentes aromatizantes e produtos semelhantes a incorporar em composições para pastilhas elásticas. Resolve particularmente o problema de molhar a superfície e revestir bem a estrutura com formas de agulhas do edulcorante dipéptido aspartamo. Adicionalmente, os revestimentos são suficientemente flexíveis para formarem barreiras de filme protectoras sem fissuração ou fragilização devido a forças mecânicas encontradas durante a aplicação a alta velocidade do revestimento ao material do núcleo bem como as tensões mecânicas presentes durante a incorporação do sistema de libertação em produtos alimentares. O presente método de estabilizar e revestir material do núcleo envolve uma formação inicial de um aglomerado do material do núcleo numa matriz de revestimento hidrofóbica em que se aglomera o material do núcleo e se orienta na matriz para facilitar o revestimento adicional ou revestimentos com materiais de matriz idênticos ou semelhantes. Forma-se o aglomerado usando técnicas de congelação por atomização que criam uma forma aproximadamente elipsóide ou esférica. O aglomerado é, obviamente, maior em tamanho do que as partículas de edulcorante individuais, e a sua forma e tamanho bem como a composição da matriz de revestimento facilitam a aplicação do segundo revestimento. Peneira-se o aglomerado para se obter apenas a gama de tamanhos de partícula desejada. Os aglomerados que são extremamente finos, por exemplo, abaixo de 200 malhas padrão US, não são geralmente úteis dado que são demasiadamente finos para se revestirem com facilidade. Aplica-se o segundo revestimento e quaisquer revestimentos adicionais utilizando técnicas de granulação em leito fluidizado convencionais bem conhecidas do especialista. Adicionalmente, o processo da invenção envolve técnicas de congelação por atomização sem se formar em primeiro lugar um aglomerado.



Tal como discutido a seguir, o processo de congelação por atomização envolve introduzir uma mistura fundida do material do núcleo na nova matriz de revestimento hidrofóbica da presente invenção através dum orifício, dum bico de atomização de alta pressão, mantendo a linha de alimentação a uma temperatura controlada e ajustando a pressão do bico para controlar o tamanho de partícula da pulverização. O produto resultante toma a forma de partículas esféricas finas que se congelam à medida que deixam o bico e contactam com o ar para formarem partículas sólidas. Estes agregados de partículas ultrapassam os problemas mais importantes associados com partículas de aspartamo: isto é, altera-se a forma em agulha para uma matriz de agregados redondos; aumenta-se a densidade de partículas para uma gama favorável; e aumenta-se a molhabilidade permitindo que as técnicas de revestimento por granulação sejam eficazes. Estas partículas constituem o sistema de libertação discutido a seguir.

Os sistemas de libertação e composições da invenção são úteis em produtos alimentares como por exemplo pastilhas elásticas, outros produtos de confecção, produtos cozidos, preparações farmacêuticas, bebidas, tabaco e produtos sob licença como por exemplo pasta de lavar os dentes e soluções de lavagem da boca. As quantidades aceitáveis podem variar muito e estão preferivelmente entre cerca de 0,01% e cerca de 100% em peso no sistema de libertação com base no peso do produto final.

Exemplos de ácidos gordos utilizados são os escolhidos no grupo consistindo em óleo de palma hidrogenado, óleo de semente de palma hidrogenado, óleo de amendoim hidrogenado, óleo de semente de açafrão hidrogenado, óleo de farelo de arroz hidrogenado, óleo de soja hidrogenado, óleo de semente de algodão hidrogenado, óleo de girassol hidrogenado e suas misturas.

As ceras que são úteis incluem ceras de petróleo e ceras sintéticas possuindo um ponto de fusão na gama de cerca de 106° C ou superior e que são alimentares. As ceras de polietileno com peso molecular de cerca de 500 a cerca de 10 000 são geralmente úteis desde que entrem na gama de temperaturas acima mencionada. Podem utilizar-se misturas destas ceras

bem como misturas das ceras com ácidos gordos.

O sistema de libertação da invenção utiliza materiais que têm uma temperatura de início de fusão que é de cerca de 5 a cerca de 6° C superior à do sistema de libertação da patente US 4 597 970. Pensa-se que o aumento no ponto de fusão global no sistema de libertação é o responsável, pelo menos em parte, pelo sabor doce que dura muito mais tempo, dado que requiere um tempo de fusão mais longo para a sua libertação. Os materiais gordos alimentares são utilizados nos sistemas de libertação da presente invenção em quantidades de cerca de 61% a cerca de 95% em peso do sistema de libertação, preferivelmente em quantidades de cerca de 63% a cerca de 90% e mais preferivelmente em quantidades de cerca de 66% a cerca de 80%. Estas quantidades são necessárias para revestir adequadamente a superfície dos edulcorantes como por exemplo o aspartamo que têm uma área superficial elevada em relação ao seu peso. O óleo de soja hidrogenado é o ácido gordo mais preferido.

O material gordo alimentar e o componente de cera são críticos para a eficiência da barreira protectora. A matriz hidrofóbica, na qual o material gordo e a cera constituem uma parte essencial, fornece protecção para o material do núcleo, do calor, luz, humidade, pH, substâncias químicas reactivas e condições semelhantes. Adicionalmente, controla-se a libertação do material do núcleo através da matriz hidrofóbica que pode servir para outros fins como por exemplo a máscara de gosto ou de materiais de gosto mau ou desagradável.

O componente glicérido aqui utilizado refere-se a glicéridos normalmente identificados que são ésteres de glicerol e de ácidos gordos em que se substituíram um ou mais dos grupos hidroxilo do glicerol por radicais ácidos. Preferem-se mono- e diglicéridos, sendo contudo também aceitáveis os triglicéridos.


O componente de mono- ou diglicérido da matriz de revestimento hidrofóbica serve para aumentar a afinidade entre o material gordo e a cera e o material do núcleo. Em adição, para materiais do núcleo que são solúveis em água como

per exemplo o aspartamo, o componente mono- ou diglicérido também serve para ajudar a gordura a aderir e molhar a superfície do edulcorante. A flexibilidade e elasticidade da matriz uma vez formado o filme ou revestimento no material do núcleo é aumentada devido ao componente glicérido.

Os glicéridos estão presentes em quantidades de cerca de 0,5 a cerca de 20% em peso do sistema de libertação. O glicérido é preferivelmente utilizado em quantidades de 0,5 a cerca de 7% e mais preferivelmente a cerca de 1% a cerca de 3%. Deve reconhecer-se que se podem utilizar misturas de mono- e diglicéridos, dado que os materiais glicéridos mais disponíveis são as misturas de mono- e diglicéridos.

Pode escolher-se o material do núcleo de uma grande variedade de materiais como por exemplo edulcorantes, medicamentos, aromatizantes e produtos semelhantes. Podem utilizar-se estes materiais isoladamente ou em combinação com um sistema único ou múltiplo de libertação. Isto é, podem estar presentes um ou mais destes materiais numa matriz de revestimento ou revestirem-se separadamente pela matriz e utilizados isoladamente ou em combinação num produto final.


O processo de preparação do sistema de libertação envolve em primeiro lugar formar-se uma aglomeração do material do núcleo e da matriz hidrofóbica. Os aglomerados são em seguida peneirados para se obterem partículas com cerca de 200 a cerca de 30 malhas e em que são em seguida revestidas com uma ou mais camadas de material hidrofóbico para fornecerem uma barreira protectora. O aglomerado é formado misturando com uma agitação fraca o material gordo, isto é, o ácido gordo, ou a cera com o glicérido a temperaturas de cerca de 75° a cerca de 95° C até se obter uma mistura homogénea. O material do núcleo ou combinação de materiais do núcleo são em seguida adicionados a esta mistura e misturados com elevada agitação para distribuírem uniformemente o material na mistura. A dispersão é em seguida feita passar num bico de pulverização controlado pelo calor e é congelada por atomização. O termo congelado por atomização aqui utilizado refere-se à solidificação da gotícula de líquido atomizado que arrefecem e solidificam após encontrarem a temperatura



mais baixa da atmosfera que os rodeia. Regula-se a pressão do bico para controlar o tamanho da gotícula de partícula. As gotículas arrefecem e congelam logo que são emitidas do bico e contactam com o ambiente mais frio. O resultado é uma partícula ou um aglomerado seco com uma forma aproximadamente elipsóide ou esférica. Nesta fase, os materiais das partículas estão ligados em conjunto com a matriz hidrofóbica, mas não adequadamente revestidos para protegerem totalmente o material do núcleo do ambiente. Peneiram-se em seguida as partículas aglomeradas para se obter a dimensão pretendida como acima mencionado. A segunda fase do processo de revestimento é geralmente necessária para fornecer a barreira protectora mais eficaz. Assim, reveste-se em seguida o aglomerado utilizando procedimentos de granulação de leito fluidizado convencionais.

O segundo revestimento (por exemplo o revestimento do aglomerado) pode utilizar a matriz hidrofóbica. Deve mencionar-se, contudo, que o revestimento externo não necessita ter os componentes de glicérido presentes dado que a molhagem da superfície do material do núcleo não é crítica neste ponto, tendo sido conseguida no primeiro revestimento. Assim, o revestimento exterior necessita apenas de ter o material gordo e o componente de cera e preferivelmente ambos. De preferência o revestimento exterior compreende óleo de soja hidrogenado e uma cera de polietileno em quantidades respectivas de cerca de 61% a cerca de 90% e de cerca de 10% a cerca de 40%. O produto final é uma partícula seca fina que é aqui referida como sistema de libertação. O sistema de libertação tem preferivelmente uma gama de fusão de cerca de 25° C a cerca de 96° C e mais preferivelmente uma gama de fusão de cerca de 46° C a cerca de 44° C, tal que funde e liberta o material do núcleo dentro da gama normal de temperatura do corpo de seres humanos.

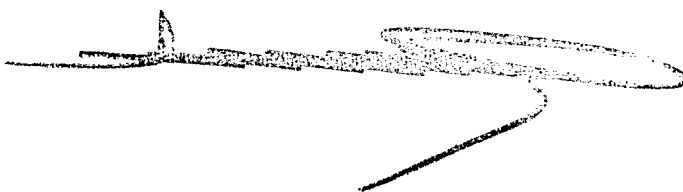
Como alternativa, mas sendo um processo menos preferido, pode deixar-se cozer, para a forma de folhas e pulverizar-se para um tamanho de partículas de cerca de 30 a cerca de 200 malhas US, (cerca de 600 a cerca de 75 um), a mistura homogénea da matriz hidrofóbica e do material do núcleo. As partículas pulverizadas podem ser então revestidas com a mistura hi



drofóbica utilizando técnicas de granulação de leite fluidizado convencionais. Um processo alternativo adicional de se obter o sistema de libertação compreende a secagem por atomização do material do núcleo com um ligante conhecido como por exemplo celulose ou polivinil pirrolidona ou semelhante para formar um agregado. O agregado é em seguida revestido com a matriz de revestimento hidrofóbica utilizando técnicas de granulação de leite fluidizado convencionais bem conhecidas do especialista. Estes processos alternativos não são contudo tão eficazes na preparação de sistemas de libertação como o processo preferido.

É importante notar que o processo da invenção preferido envolve o congelamento por atomização do material líquido hidrofóbico revestindo a matriz-núcleo seguido por granulação de leite fluidizado que resulta num revestimento significativamente e surpreendentemente melhor para a protecção do material do núcleo. Quer o congelamento por atomização, quer a granulação por leite fluidizado, isoladamente não fornecem revestimentos protectores adequados para o sistema de libertação e resultam na instabilidade e libertação prematura do material do núcleo. A fase de congelação forma um aglomerado do material do núcleo e da matriz hidrofóbica. A matriz liga em conjunto as partículas do núcleo mas reveste apenas parcialmente o núcleo. O material do núcleo é "ocasionalmente" revestido no sentido em que por mero acaso a matriz se reveste completamente ou envolve o material particularmente se o material for difícil de revestir.

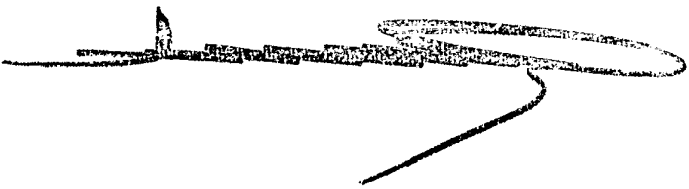
A granulação em leite fluidizado é necessária para conseguir o revestimento uniforme necessário para proteger o material do núcleo. Por exemplo, com edulcorantes, com a forma de barras ou de agulhas como por exemplo o aspartamo, a congelação por atomização orienta os cristais de aspartamo para uma aglomeração que é significativamente mais fácil de revestir, por exemplo, o aglomerado aproxima-se da forma elipsóide ou esférica, que é então facilmente e uniformemente revestido no leite fluidizado. O revestimento em leite fluidizado isoladamente de edulcorantes como por exemplo o aspartamo não fornece uma protecção uniforme.



Deve manter-se um equilíbrio, contudo, tal que não se utilize um revestimento demasiadamente espesso de modo a evitar a libertação adequada do material do núcleo. Determinou-se que usando um revestimento exterior em quantidades de cerca de 200 a cerca de 300% em peso do aglomerado se maximizam os benefícios protectores com os benefícios de libertação controlada. O uso de revestimento exterior em quantidades inferiores a cerca de 30% em peso do aglomerado não fornece espessura suficiente para a protecção do material do núcleo.

No que diz respeito a formulação para pastilhas elásticas em que se utiliza o novo processo de libertação, a quantidade de goma de base utilizada variará grandemente dependendo de vários factores como por exemplo o tipo de base utilizada, consistência pretendida e outros componentes utilizados para se obter o produto final. Em geral, são aceitáveis quantidades de cerca de 5% a cerca de 45% em peso da composição de goma de base final para uso em composições para pastilhas elásticas sendo as quantidades preferidas na gama de 15% a cerca de 25% em peso. A goma de base pode ser qualquer goma de base insolúvel na água bem conhecida da técnica. Exemplos ilustrativos de polímeros adequados para gomas de base incluem elastómeros naturais e sintéticos e borrachas naturais e sintéticas. Por exemplo, os polímeros que são adequados em gomas de base incluem, sem limite, substâncias de origem vegetal como por exemplo chicle, "jelutong", guta-percha e goma pura. Os elastómeros sintéticos como por exemplo copolímeros de butadieno-estireno, copolímeros de isobutileno-isopreno, polietileno, poliisobutileno, poliacetato de vinilo e suas misturas, são particularmente úteis.

A composição de goma de base pode conter solventes de elastómero para auxiliar no amaciamento do componente de borracha. Esses solventes elastómeros podem compreender ésteres de metilo, glicerol ou pentaeritritol de rosinas ou rosinas modificadas como por exemplo rosinas hidrogenadas, dimerizadas ou polimerizadas ou suas misturas. Exemplos de solventes elastómeros adequados para uso nesta invenção incluem o éster de pentaeritritol de rosina de madeira parcialmente hidrogenada, éster de pentaeritritol de rosina de madeira, éster de glicerol de




rosina de madeira, éster de glicerol de rosina parcialmente dimerizada, éster de glicerol de rosina polimerizada, éster de glicerol de rosina de óleo elevado, éster de glicerol da rosina de madeira e rosina de madeira parcialmente hidrogenada e éster metílico parcialmente hidrogenado da rosina, como por exemplo polímeros de alfa-pineno ou beta-pineno; resinas de terpeno, incluindo politerpeno e suas misturas. O solvente pode ser utilizado numa quantidade variando de entre de cerca de 10% e cerca de 75% de preferência entre cerca de 45% e cerca de 70% em peso da goma de base.

Podem incorporar-se vários ingredientes tradicionais como por exemplo plastificantes ou amaciadores. Exemplos desses ingredientes incluem lanolina, ácido esteárico, estearato de sódio, estearato de potássio, triacetato de glicerilo, glicerina e produtos semelhantes. As ceras naturais, ceras de petróleo, ceras de poliuretano, ceras de parafina e ceras microcristalinas podem também ser incorporadas na goma de base para se obterem várias texturas desejáveis e propriedades consistentes. Contemplam-se também misturas destes ingredientes tradicionais. Estes materiais adicionais individuais são utilizados geralmente em quantidades de entre cerca de 3% e cerca de 20% em peso da composição de goma de base final.

A composição de goma de base para pastilhas elásticas pode incluir adicionalmente os aditivos convencionais de agentes aromatizantes, agentes corantes como por exemplo trióxido de titânio, emulsionantes como por exemplo lecitina e monoestearato de glicerilo e cargas adicionais como por exemplo hidróxido de alumínio, alumina, silicato de alumínio, carbonato de cálcio, e talco e suas combinações. Estas cargas podem ser utilizadas na goma de base em várias quantidades. De preferência a quantidade de cargas quando utilizada variará entre cerca de 4% e cerca de 30% em peso da composição final para pastilha elástica.

No caso em que se utilizam edulcorantes auxiliares em adição aos presentes no sistema de libertação, a presente invenção contempla a inclusão desses edulcorantes bem conhecidos da técnica, incluindo edulcorantes naturais e artifi-



ciais. Assim, podem escolher-se edulcorantes adicionais entre a seguinte lista não-limitativa: açúcares como por exemplo sacarose, glicose (xarope de milho), dextrose, açúcar invertido, frutose, e suas misturas; sacarina e seus vários sais como por exemplo sal de sódio ou de cálcio; ácido ciclâmico e os seus vários sais como por exemplo o sal de sódio; edulcorantes dipéptidos como por exemplo o aspartamo; compostos de hidrocalcolona; glicirrizina; Stevia Rebaudiana (Steviósido); e álcoois de açúcares como por exemplo sorbitol, xarope de sorbitol, manitol, xilitol, e produtos semelhantes. É também contemplado como edulcorante adicional o substituto de açúcar não fermentável (hidrolisado de amido hidrogenado) que é descrito na patente US 26 959. É também contemplado o edulcorante sintético 3,6-dihidro-6-metil-1,1,2,3-oxiatiazin-4-ona-2,2-dióxido particularmente os seus sais de potássio (Acessulfame-K), de sódio e de cálcio descritos na Patente Germânica Nº 2 001 017.7. São contemplados também outros edulcorantes e suas misturas.

Os edulcorantes no sistema de libertação per se, podem ser utilizados em quantidades necessárias para fornecerem a doçura e preferivelmente em quantidades de cerca de 0,01% a cerca de 30% em peso do sistema de libertação. O aspartamo, sacarina e os seus sais são os edulcorantes preferidos e podem ser utilizados em quantidades de cerca de 0,01% a cerca de 25% e de cerca de 0,01% a 50% respectivamente, em peso do sistema de libertação. As quantidades preferidas destes edulcorantes são de cerca de 2 a cerca de 10%, mais preferivelmente cerca de 4 a cerca de 6%. Podem usar-se edulcorantes auxiliares em quantidades adicionais com base no peso total das composições de goma para pastilhas elásticas, como é convencional na técnica.


Uma combinação particularmente eficaz de edulcorantes é aspartamo, sacarina de sódio e acessulfamo K (acessulfamo de potássio). Podem utilizar-se a sacarina e os seus sais e os sais de acessulfamo em quantidades de cerca de 5 a cerca de 50% em peso do sistema de libertação. Utiliza-se o aspartamo em quantidades até 15% em peso quando utilizado nesta combinação. Um ou mais dos edulcorantes podem encontrar-se na

forma encapsulada antes da incorporação no sistema de libertação, retardando assim a libertação do edulcorante e aumentando o tempo da doçura perceptível e/ou a sua libertação coordenada. Assim, podem incorporar-se os edulcorantes de modo a que se libertem sequencialmente.

Descobriu-se também que a incorporação da combinação de dois ou mais edulcorantes utilizada, isoladamente ou como parte do sistema de libertação melhora a intensidade de doçura como resultado do efeito de sinergismo. Exemplos de combinações sinérgicas são: sacarina/aspartamo; sacarina/acessulfamo de potássio; sacarina/aspartamo/acessulfamo de potássio. Estes edulcorantes podem também ser adicionados a uma confecção alimentar, medicamentos ou produto pessoal final independente do sistema de libertação. Assim, um bom produto pode ter uma doçura que lhe é comunicada pelo sistema de libertação bem como os sistemas edulcorantes auxiliares do sistema de libertação. Descobriu-se também que estas combinações de edulcorantes melhoram o efeito de aroma durável do produto alimentar como por exemplo pastilhas elásticas.

Embora a canela seja o aroma principal, contemplam-se também outros aromas adequados incluindo aromas naturais e artificiais, e hortelã como por exemplo hortelã pimenta, mentol, baunilha artificial, derivados da canela, vários aromas de frutos, usados individualmente ou em mistura. Utilizam-se geralmente os aromas em quantidades que variam com o aroma individual, e podem, por exemplo estar nas gamas de cerca de 0,5% a cerca de 3% em peso da combinação de pastilha elástica final e preferivelmente cerca de 0,7 a cerca de 1,2%. Os aromas podem estar presentes no sistema de libertação, na própria composição de pastilha elástica ou em ambos,

Os corantes úteis na presente invenção, incluem pigmentos como por exemplo dióxido de titânio, que pode ser incorporado em quantidades de cerca de 1% em peso, e preferivelmente até 6% em peso. Além disso, os corantes podem incluir outros corantes adequados para aplicações alimentares, medicamentos, cosmética, e conhecidos como corantes F. D. & C. e produ



tos semelhantes. Os materiais aceitáveis para o espectro acima definido de utilização são preferivelmente solúveis em água. Exemplos ilustrativos incluem corante indigóide, conhecido como F.D.C. Blue Nº 2, que é o sal dissódico do ácido 5,5'-indigotindissulfônico. De modo semelhante, o corante conhecido como F.D.C. Green Nº 1, compreende um corante de trifenil metano e os sais monossódicos de 4-[4-Metil-p-sulfobenzilamino)difenilmetileno]-1-(N-etil-N-p-sulfoni benzil)-2,5-ciclohexadimidina). A lista completa de todos os produtos de F.D.C. e D.C. e as suas estruturas químicas correspondentes podem ser encontradas em Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, no Volume 5, nas páginas 857-884, cujo texto é deste modo aqui incorporado por referência.

As pastilhas elásticas da invenção podem apresentar-se em qualquer forma conhecida da técnica, como por exemplo varão, placa, naco, tira, goma revestida endurecida, tablets e amida com goma no centro.

O processo para a preparação da composição das pastilhas elásticas da presente invenção é o seguinte: Funde-se a goma de base (cerca de 85° a cerca de 90° C), arrefece-se para 78° C e coloca-se num equipamento de mistura convencional pré-aquecido (60° C) equipado com lâminas sigma. Adiciona-se em seguida o emulsionante. Em seguida, adiciona-se uma parte do sorbitol e da glicerina e mistura-se durante mais 3 a 6 minutos. Arrefece-se o equipamento da mistura e adicionam-se em seguida o manitol e a parte restante do sorbitol e da glicerina e continua-se a mistura. Nessa altura, a temperatura da goma para pastilha elástica não aromatizada é de cerca de 39-42° C. Adiciona-se em seguida óleo aromático e incorpora-se na base e continua-se a mistura. Finalmente, adiciona-se o sistema de libertação contendo o material edulcorante encapsulado e mistura-se durante mais 1 a 10 minutos. Adiciona-se o sistema de libertação como último ingrediente. A temperatura final da goma é de cerca de 39-43° C. Descarrega-se em seguida a composição para pastilhas elásticas do equipamento, lamina-se, corta-se e conforma-se em peças para pastilhas elásticas.

Os seguintes exemplos servem para fornecer me

lhora conhecimento da invenção mas não se pretende de qualquer modo restringir o âmbito efectivo da invenção. Todas as percentagens ao longo da especificação são percentagens em peso do sistema de libertação final a menos que seja indicado o contrário.

EXEMPLOS


Formularam-se os sistemas de libertação, para uso no produto de composição para goma de pastilha elástica, de acordo com as formulações apresentadas na Tabela I a seguir. Tomou-se a formulação de controlo (D) da Patente US 4597 970 atribuída a Yang, previamente discutida. A formulação do sistema de libertação controlada continha lecitina como componente principal no material encapsulante. Em contraste, os sistemas de libertação da invenção (A-C) não tinham o componente lecitina.

TABELA I

Sistemas de Libertação - % em peso

<u>Ingrediente</u>	<u>(Invenção)</u>			<u>(Controlo)</u>	<u>Ponto de Fusão °C</u>
	A	B	C	D	
Aspartamo	17	17	17	17	
Óleo de palma endurecido	--	--	--	67	58-62°
Óleo de soja (1)	77	66	43	--	67-70°
Emulsionante sem lecitina (2)	6	6	6	--	55-58°
Monoglicerido destilado	--	--	--	8	67-70°
Cera de polietileno (3)	--	11	34	--	87-93°
Lecitina	--	--	--	8	
	<u>100</u>	<u>100</u>	<u>100</u>	<u>100</u>	

- (1) parcialmente hidrogenado
- (2) monoestearato de glicerilo
- (3) micro 195



Incorporaram-se os sistemas de libertação da Tabela I nas composições para pastilhas elásticas descritas na Tabela II, a seguir apresentada, e prepararam-se a partir delas o produto para pastilhas elásticas. As peças de pastilhas elásticas foram embaladas em saquetas seladas e submetidas a condições de envelhecimento acelerado em fornos a 37° C por períodos de 4,6,8,10 e 12 semanas, para permitir um tempo suficiente para que ocorresse a potencial instabilidade. Determinou-se da experiência anterior que as interações químicas entre os constituintes da composição para pastilha elástica ocorreriam geralmente neste período de tempo.

Obtiveram-se todas as composições sem a adição de aditivos corantes, e assim a peça final de goma aparecia branca. Após envelhecimento, contudo, todas as gomas com lecitina como componente do sistema de libertação adquiriam uma coloração localizada (manchas vermelhas) indicadoras de uma reação química. As manchas eram distribuídas em toda a peça da goma para pastilha elástica. Adicionalmente, a goma no seu total tornava-se cor-de-rosa comparada com a sua cor branca original. As pastilhas elásticas com lecitina incorporada no sistema de libertação e na composição de goma tinham uma cor-de-rosa mais intensa globalmente, bem como um aumento no número e na intensidade de cor das manchas.

As composições para pastilhas elásticas da invenção utilizavam lecitina na formulação para as gomas para pastilhas elásticas per se, mas não se incorporavam lecitina no sistema de libertação. Após ensaios de estabilidade acelerada durante 12 semanas, não se observaram indicações de manchas ou alterações de cor. As peças de pastilhas elásticas permaneciam essencialmente brancas, tal como as gomas de controlo que eram totalmente isentas de lecitina.

É aparente destes resultados que os sistemas de libertação da invenção podem ser incorporados em composições para pastilhas elásticas com edulcorante de aspartamo e aroma de canela sem problemas de estabilidade devido a interações químicas que provocam alterações da cor e que alteram potencialmente o sabor e textura do produto final.

TABELA II

Composição para Pastilhas Elásticas  
Ensaio de Estabilidade - 37°C

<u>Ingrediente-% em peso</u>	<u>Invenção</u>			IV (a)	<u>Contro</u> <u>lo</u> (c)	VI (b)
	I	II	III		V	
Goma de Base	27,0	27,0	27,0	27,0	27,0	27,0
Lecitina	0,5	0,5	0,5	0,5	--	--
Poliol	55,0	55,0	55,0	55,0	55,0	55,0
Glicerina	13,5	13,5	13,5	13,5	14,1	14,0
Aroma	2,1	2,1	2,1	2,0	2,0	2,0
<b>Sistema de libertação</b>						
Invenção A	1,9	--	--	--	1,9	--
Invenção B	--	1,9	--	--	--	--
Invenção C	--	--	1,9	--	--	--
Controlo D (contem lecitina)	--	--	--	2,0	--	2,0
	100	100	100	100	100	100

(a) U.S. 4 597 970

(b) U.S. 4 597 970

(c) não se incorporou lecitina na parte da goma para  
 pastilha elástica e também não no sistema de libertação

Apresenta-se a seguir na tabela III um resumo dos resultados de estabilidade comparativa:

Tabela III

<u>Sistema de Libertação</u>	<u>Composição de Goma para Pastilhas</u>	<u>Alteração de Cor Indicadora de Instabilidade</u>
1. Controlo - sem lecitina	sem lecitina	Sem alteração de cor; produto permanecia estável (branco) após 12 semanas/37°C.
2. U.S. 4 597 970 com lecitina	sem lecitina	Manchas vermelhas localizadas coloração rosa global no produto após 4 semanas/37°C
3. U.S.4 597 970 com lecitina	com lecitina	Manchas vermelhas localizadas distribuídas em todo o produto; cor-de-rosa global intensificando-se após 4 semanas/37°C.
4. Invenção - sem lecitina	com lecitina	Sem alteração de cor; produto essencialmente tão estável como o produto de controlo após 12 semanas/37°C

Chave

1. A goma de controlo foi formulada usando os sistemas de libertação da invenção (Tabela I, Composição A) compreendendo óleo de soja, monoestearato de glicerilo e aspartamo; a parte de goma de pastilha elástica foi tirada da composição III, Tabela II.
2. e 3. Eram composições de pastilhas elásticas preparadas de acordo com U.S. 4 597 970.
4. A composição do invento demonstra que eliminando a lecitina no sistema de libertação e incorporando gorduras e ceras com ponto de fusão de cerca de 106°C ou superior resultava num aumento inesperado na estabilidade, que se manifesta na ausência de reacções químicas que provocam a descoloração ou alteração de cor no produto para pastilhas elásticas final.

## REIVINDICAÇÕES

- 1ª -

Processo para a preparação de uma composição para pastilhas elásticas com aroma de canela com uma estabilidade superior de cor, edulcorante e aromatizante na presença de edulcorantes de tipo aminoácido ou dipéptido compreendendo uma goma de base, um aroma de canela e um sistema de libertação de substância edulcorante susceptível de efectuar uma libertação controlada da substância edulcorante, caracterizado por se incorporar:

A) uma gordura hidrogenada ou parcialmente hidrogenada escolhida no grupo consistindo em óleo de soja, óleo de palma, óleo de semente de palma, óleo de amendoim, óleo de semente de colza, óleo de farelo de arroz, óleo de semente de algodão, óleo de girassol, óleo de açafrão e suas misturas,

B) uma cera de polietileno possuindo um ponto de fusão de 106° C ou superior,

C) um glicérido na quantidade de cerca de 0,5% a cerca de 20% em peso da composição da pastilha elástica total, e

D) um edulcorante de tipo aminoácido ou dipéptido;

em que o referido edulcorante é encapsulado pela mistura dos componentes A a C.

- 2ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o edulcorante ser o aspartamo.

- 3ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por se escolher o elastómero da goma de base no grupo consistindo em chicle, "jelutong", balata, guta-percha, "lechi-caspi", sorva, co-polímeros de butadieno-estireno, poliisobutileno, co-polímeros de isobutileno-isopreno, polietileno, polia



acetato de vinilo, e suas misturas.

- 4ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por se incorporarem edulcorantes e/ou aromatizantes adicionais.

- 5ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por se incorporar adicionalmente um material escolhido no grupo consistindo em substâncias de enchimento, emulsificantes, agentes corantes, plastificantes, cargas, modificadores de viscosidade e suas misturas.

- 6ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por se incorporar a gordura em quantidades de cerca de 63% a cerca de 90% em peso da composição total para pastilhas elásticas.

- 7ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por se incorporar cera de polietileno em quantidades de cerca de 1% a cerca de 25% em peso da composição total para pastilhas elásticas.

- 8ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o peso molecular da cera de polietileno estar na gama de cerca de 500 a cerca de 10 000.


- 9ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o glicérido ser o monoestearato de glicerilo.

A requerente declara que o primeiro pedido

desta patente foi apresentado nos Estados Unidos da América em  
23 de Dezembro de 1986, sob o número de série 945.745.

Lisboa, 28 de Agosto de 1987

A handwritten signature in black ink, consisting of a series of horizontal strokes followed by a large, sweeping loop and a final downward stroke.

## R E S U M O

### "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO ESTÁVEL PARA PASTILHAS ELÁSTICAS COM AROMA DE CANELA"

A invenção refere-se a um processo para a preparação de uma composição para pastilhas elásticas com aroma de canela com uma estabilidade superior de cor edulcorante e aromatizante na presença de edulcorantes de tipo aminoácido ou dipéptido compreendendo uma goma de base, um aroma de canela e um sistema de libertação de substância dulcificante susceptível de efectuar uma libertação controlada da substância dulcificante que compreende incorporar-se:

- (A) uma gordura hidrogenada ou parcialmente hidrogenada escolhida no grupo consistindo em óleo de soja, óleo de palma, óleo de semente de palma, óleo de amendoim, óleo de semente de colza, óleo de farelo de arroz, óleo de semente de algodão, óleo de girassol, óleo de açafrão e suas misturas,
- (B) uma cera de polietileno possuindo um ponto de fusão de 106°C ou superior,
- (C) um glicérido na quantidade de cerca de 0,5% a cerca de 20% em peso da composição da pastilha elástica total, e
- (D) um edulcorante de tipo aminoácido ou dipéptido; em que o referido edulcorante é encapsulado pela mistura dos componentes A a C.