



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 360 293**

51 Int. Cl.:

A61K 8/11 (2006.01)

A61K 8/36 (2006.01)

A61K 8/362 (2006.01)

A61Q 5/00 (2006.01)

A61Q 5/02 (2006.01)

A61Q 13/00 (2006.01)

A61Q 15/00 (2006.01)

A61Q 19/00 (2006.01)

A61Q 19/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05805194 .7**

96 Fecha de presentación : **20.09.2005**

97 Número de publicación de la solicitud: **1796621**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **20.06.2007**

54 Título: **Microcápsulas perfumantes o saborizantes que comprender un supresor de explosión.**

30 Prioridad: **01.10.2004 EP 04104835**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
02.06.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
02.06.2011

73 Titular/es: **FIRMENICH S.A.**
1, route des Jeunes P.O. Box 239
1211 Geneva 8, CH

72 Inventor/es: **Trophardy, Gil y**
Verhovnik, Glenn

74 Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 360 293 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Microcápsulas perfumantes o saborizantes que comprenden un supresor de explosión

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere al campo de la perfumería y a la industria saboreante. Se refiere más particularmente a microcápsulas perfumantes o saborizantes caracterizadas porque, cuando son sometidas a una fuente de ignición suficientemente poderosa, su rápida reacción de combustión es débil o moderada. En realidad, las microcápsulas de la invención comprenden una cantidad efectiva de un supresor de explosión susceptible de reducir la violencia de su explosión, de modo que estas partículas se clasifican como un polvo de peligrosidad clase St-1.

Antecedentes de la invención y problemas a resolver

10 Las microcápsulas se emplean en una gran medida en las industrias de perfumería y saborizantes. Constituyen sistemas de suministro para ingredientes perfumantes o saborizantes y pueden ser usadas en forma ventajosa en un gran número de aplicaciones. La encapsulación de sustancias activas tal como ingredientes perfumantes o saborizantes proporciona al mismo tiempo una protección de ingredientes encapsulados contra "agresiones" tales como oxidación o humedad, y permite, por otro lado, cierto control de la cinética de sabor o liberación de fragancia para inducir efectos sensoriales por
15 medio de la liberación secuencial.

Actualmente, las numerosas propiedades ventajosas de las microcápsulas en estos campos se oponen a otras propiedades que deben tenerse en cuenta durante su preparación, transporte, almacenamiento y manipulación. En realidad, estos sistemas de suministro, debido a la naturaleza de los mismos, y en particular al hecho de que encapsulan sustancias volátiles e inflamables, constituyen polvos combustibles que, cuando son dispersados en aire u otro gas con
20 contenido de oxígeno, pueden formar mezclas rápidamente inflamables. Cuando son encendidos por una fuente de ignición suficientemente potente, el resultado es una reacción de combustión rápida con un frente de avance de llama y presión.

La cuestión adquiere importancia durante la preparación de microcápsulas. En particular, los procedimientos de encapsulación de secado por aspersión y lecho fluidizado son altamente preocupantes en este tema, ya que ambos se basan en el uso de un equipo en donde las partículas son suspendidas en aire caliente como partículas finas y pueden
25 por lo tanto sufrir una explosión durante su preparación.

El secado por aspersión es la técnica de encapsulación más comúnmente usada para estabilizar las sustancias volátiles tales como sabores y fragancias, mediante la encapsulación de las mismas en forma sólida y adecuada para muchas aplicaciones. Los polvos secados por aspersión son comúnmente preparados en un equipo de secado por aspersión común. El secado por aspersión generalmente se realiza por medio de un disco giratorio o de boquillas multi-
30 componentes. Las técnicas detalladas se describen por ejemplo, en K. Masters, *Spray-drying Handbook*, Longman Scientific and Technical, 1991.

Los lechos fluidizados se usan para rociar un revestimiento en un material de núcleo fluidizado en un lecho, o para aglomerar y/o granular polvos. Esta técnica de encapsulación también se conoce y se describe por ejemplo, en EP
35 70719 o en US 6.056.949.

Ambos equipos de encapsulación antes descritos y que son susceptibles a explosiones de partículas suspendidas en el aire deben ser por lo tanto adaptados como una función de los parámetros de seguridad técnica que caracterizan las partículas allí tratadas. En particular, deben ser dimensionados en función de la violencia de las explosiones que pueden producirse durante la preparación de microcápsulas. Por lo tanto, el problema de reducir la violencia de posibles
40 explosiones de productos en polvo que resultan de tales procesos de encapsulación es de gran importancia para la industria.

Para la manipulación segura de sustancias combustibles, es imperativo conocer las peligrosas propiedades de un producto. La forma fiable para caracterizar el combustible y las propiedades explosivas de un producto es someter una muestra del producto a varias pruebas y clasificar los resultados de acuerdo con las características de seguridad técnica. Los parámetros internacionales VDI Directiva 2262 Parte 1: *Dust Fires and Dust Explosions, Hazard Assessment - Protective Measures, Test Methods for the Determination of Safety Characteristics of Dusts*, (Fuegos de polvos y explosiones de polvos, Determinación de peligrosidad - Medidas protectoras, Métodos de Ensayo para la determinación de las características de seguridad de polvos) Beuth, Berlín, mayo de 1990) describen los equipos de ensayo (Aparato Harmann Modificado y Aparato Close, Aparato de esfera de 20 litros) y los métodos, tales como el procedimiento
45 convencional ISO 6184/1. Estos métodos permitirán determinar las constantes físicas tales como la conducta de explosión máxima de un polvo combustible en un sistema cerrado. Un arrancador pirotécnico con una energía total de 10kJ se usa como una fuente de combustión. A partir de los métodos de ensayo descritos en las directivas mencionadas,
50

se determina una constante característica, K_{St} , que es específica de polvo. Como en la práctica industrial se producen y procesan tantos polvos de ese tipo, por ejemplo, para productos farmacéuticos y cereales y de harinas, es adecuado asignar la constante de explosión máxima a una de las diversas clases de explosión de polvos y usar las mismas como una base para dimensionar las medidas protectoras de construcción. La correspondencia entre estas clases en adelante referidas como clases de peligrosidad de polvos y la constante K_{St} es la siguiente:

| Clase de peligrosidad de Polvo | Constante específica de producto K_{St} [bar.m.s ⁻¹] |
|--------------------------------|--|
| St-1 | 0 a 199 |
| St-2 | 200 a 299 |
| St-3 | ≥ 300 |

Ahora, aunque algunos ingredientes perfumantes y saborizantes se clasifican en una peligrosidad de polvo clase St-1, un gran número de estos ingredientes y por lo tanto las microcápsulas que los encapsulan, y dependiendo de la volatilidad de los ingredientes perfumantes y saborizantes, se clasifican aún en la clase de peligrosidad de polvo St-2 y por lo tanto requieren de equipos de producción específicamente adaptados a la violencia de posibles explosiones, los que, por supuesto, pueden ser muy costosos.

El documento WO03/043728A1 (FIRMENICH) describe microcápsulas perfumantes o saborizantes que tienen agentes ignífugos dispersados o absorbidos en un material portador polimérico, con lo que estos agentes ignífugos fueron básicamente sales inorgánicas. En vista de estos agentes ignífugos, se necesitan otros agentes adecuados como supresores de explosión con otras propiedades beneficiosas. Particularmente se necesita encontrar agentes ignífugos más eficaces, que puedan utilizarse con similar eficacia en cantidades más pequeñas, y existe también la necesidad de agentes ignífugos que puedan tener un efecto benéfico sobre la higroscopicidad de las microcápsulas perfumantes o saborizantes, y, en forma notable, sería ventajoso contar con un agente ignífugo que reduzca la higroscopicidad de las microcápsulas perfumantes o saborizantes, si se comparan con los agentes ignífugos de la técnica anterior. Además, los agentes ignífugos descritos en el documento WO 03/043728 no son siempre adecuados para uso en aplicaciones alimenticias y, por lo tanto, pueden encontrarse otras soluciones.

Descripción de la invención

En forma notable, se han podido establecer que nuevos supresores de explosión, que son ácidos carboxílicos C_1 - C_{12} , sales de ácidos carboxílicos C_1 - C_{12} , y mezclas de los mismos, podrían agregarse directamente a microcápsulas perfumantes y saborizantes en una cantidad efectiva para reducir la violencia de posibles explosiones durante su preparación, en particular cuando son suspendidas en aire caliente. La constante K_{St} de microcápsulas que comprenden los nuevos supresores de explosión podría así ser efectivamente reducida. En forma muy sorprendente, estos nuevos supresores de explosión también reducen la higroscopicidad de polvos que comprenden las microcápsulas de la presente invención.

Por lo tanto, en un primer aspecto, la presente invención proporciona una microcápsula perfumante o saborizante que comprende por lo menos un ingrediente perfumante o saborizante dispersado o absorbido dentro de un material portador polimérico, caracterizado porque la microcápsula comprende además una cantidad efectiva de un supresor de explosión seleccionado entre el grupo de ácidos carboxílicos C_1 - C_{12} , sales de ácidos carboxílicos C_1 - C_{12} , y mezclas de los mismos.

En un segundo aspecto, la presente invención proporciona métodos para la preparación de composiciones perfumantes o saborizantes de acuerdo con la invención.

En otro aspecto, la presente invención proporciona el uso de un supresor de explosión seleccionado entre el grupo formado por ácidos carboxílicos C_1 - C_{12} , sales de ácidos carboxílicos C_1 - C_{12} , y mezclas de los mismos en la composición de una microcápsula, para reducir la violencia de la explosión de la microcápsula.

Aún en otro aspecto, la presente invención proporciona un método para reducir la explosividad de una composición en polvo, y el método comprende la etapa de:

- agregar a la composición en polvo un agente ignífugo seleccionado entre el grupo formado por ácidos carboxílicos C_1 - C_{12} , sales de ácidos carboxílicos C_1 - C_{12} y mezclas de los mismos a la composición en polvo, y/o,
- incorporar el ignífugo en y/o dentro de las partículas de la composición en polvo, y/o
- revestir con el agente ignífugo la composición en polvo.

Además, la presente invención proporciona un producto perfumado y un producto alimenticio, bebible o farmacéutico,

caracterizado porque el mismo comprende la microcápsula saborizante y/o perfumante de la presente invención.

Tal como se mencionó anteriormente, la clase St de una microcápsula se deduce a partir del valor de su constante específica de producto K_{st} (ver la Tabla anterior). El parámetro K_{st} se mide por medio del procedimiento ISO estándar ISO 6184/1 en un aparato de esfera de 20 l. Este equipo y los métodos para medir el K_{st} se describen en los patrones Internacionales (VDI Directiva 2263 parte 1: *Dust Fires and Dust Explosions, Hazard Assessment - Protective Measures, Test Methods for the Determination of Safety Characteristics of Dusts*, Beuth, Berlín, mayo de 1990).

Las microcápsulas perfumantes o saborizantes de la invención comprenden una cantidad efectiva de supresor de explosión que es capaz de reducir la violencia de la explosión de las microcápsulas posiblemente inducida por la suspensión de las mismas en el aire durante su preparación. Esto es muy ventajoso considerando que estos sistemas de suministro están compuestos principalmente por ingredientes altamente volátiles que constituyen por lo tanto polvos combustibles. Estos ingredientes volátiles tuvieron que ser usados en el pasado en proporciones limitadas en composiciones sometidas a procesos que comprenden la suspensión de partículas en aire caliente. Actualmente, la solución suministrada por la presente invención permite el uso de mayores cantidades de estos ingredientes, y por lo tanto proporciona una alternativa ventajosa al uso anterior de precursores de ciertos ingredientes particularmente volátiles.

La invención, por lo tanto, proporciona una solución ventajosa con respecto al problema de la preparación de microcápsulas perfumantes y saborizantes y productos en polvo, en particular para preparaciones vía procesos que comprenden un secador por aspersión o un lecho fluidizado, en donde las partículas finas se suspenden en el aire y son por lo tanto más susceptibles de explotar. En una clase ST-1, la violencia de la explosión será una reacción débil o por lo menos moderada, mientras que sería una fuerte reacción para un polvo de peligrosidad clase St-2, y una reacción muy fuerte para un polvo de peligrosidad clase St-3. Como consecuencia de esto, un equipo usado para la preparación de microcápsulas de acuerdo con la presente invención puede dimensionarse de acuerdo con esto, es decir como St-1 y así ser menos costoso, mientras que se garantizan condiciones de seguridad de fabricación iguales o mejores.

El término "ácidos carboxílicos C₁-C₁₂" se refiere a ácidos carboxílicos que poseen 1 a 12 átomos de carbono, incluyendo el átomo C del grupo carboxilo. Por lo tanto, si más de un grupo carboxílico se encuentra presente en el ácido carboxílico de la presente invención, estos otros grupos carboxílicos deberán ser igualmente contados con respecto a los 1 a 12 átomos de carbono del ácido carboxílico usado como un supresor de explosión de acuerdo con la presente invención.

Preferiblemente, los ácidos carboxílicos y/o sus sales que se utilizan como supresores de explosión en microcápsulas de la presente invención son ácidos carboxílicos lineales, ramificados, cíclicos y/o aromáticos y/o sales de los mismos. Los ácidos carboxílicos pueden ser hidrocarburos saturados. Alternativamente, los ácidos carboxílicos pueden ser hidrocarburos insaturados.

Los ejemplos de ácidos carboxílicos son las lactonas; por ejemplo, ácido ascórbico. Un ejemplo de un ácido carboxílico aromático es el ácido salicílico.

Preferiblemente, los ácidos carboxílicos y/o sales de los mismos son ácidos carboxílicos de hidrocarburos funcionalizados y/o sales de los mismos.

Preferiblemente, el ácido carboxílico comprende menos de 7, más preferiblemente menos de 5 y en forma mayormente preferida menos de 3 átomos de carbono unidos en forma covalente a 2 átomos de hidrógeno.

Preferiblemente, el ácido carboxílico de la presente invención comprende 5 o menos átomos de carbono con un número de oxidación de (-II) o más negativo. Más preferiblemente, el ácido carboxílico comprende 3 o menos átomos de carbono con un número de oxidación de (-II) o más negativo.

En una realización de la presente invención, los ácidos carboxílicos y/o las sales de los mismos son ácidos carboxílicos de hidrocarburo hidroxi- y/o ceto funcionalizados y/o las sales de los mismos. Preferiblemente, el ácido carboxílico de la presente invención comprende por lo menos 1 grupo hidroxi. Preferiblemente, comprende por lo menos 2 grupos hidroxi.

En otra realización de las microcápsulas de la presente invención, los ácidos carboxílicos y/o sales de los mismos son ácidos di-, tri-, o multi-carboxílicos y/o las sales de los mismos. Los ejemplos de ácidos multi-carboxílicos incluyen ácido cítrico, que es ácido C₆-tricarboxílico.

Preferiblemente, el ácido carboxílico es por lo menos un ácido di-carboxílico. Más preferiblemente, es por lo menos un ácido tri-carboxílico, es decir que lleva por lo menos tres grupos carboxílicos.

Preferiblemente, el ácido carboxílico y/o sale del mismo es un ácido carboxílico C₄-Ca y/o sal del mismo.

En una realización preferida de la presente invención, el ácido carboxílico y/o sales de los mismos se seleccionan entre los ácidos carboxílicos C₂-C₆ y/o sales de los mismos.

5 En una realización de las microcápsulas perfumantes o saborizantes de la presente invención, el ácido carboxílico y/o la sal del mismo se selecciona entre el grupo formado por el ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico, ácido isobutírico, ácido valérico, ácido caproico, ácido cítrico, ácido succínico, ácido hidroxisuccínico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido oxálico, ácido glioxílico, ácido adípico, ácido láctico, ácido tártrico, ácido salicílico, ácido ascórbico, las sales de potasio, calcio y/o sodio de cualquiera de los ácidos antes mencionados, y mezclas de cualquiera de ellos.

10 Preferiblemente, las sales de los ácidos carboxílicos son sales de potasio y/o sodio. Más preferiblemente, es la sal de tripotasio y/o de trisodio de un ácido tricarboxílico. Y en forma más preferida, es la sal de tripotasio y/o trisodio de ácido cítrico.

Los ácidos anteriores y las sales de los mismos se encuentran comercialmente disponibles y las síntesis de los mismos, o el aislamiento a partir de materiales en bruto, resulta conocido para un experimentado en la técnica.

15 En una realización de la presente invención, la microcápsula comprende de 0.5 a 80% en peso de supresor de explosión con relación al peso seco de la microcápsula. Preferiblemente, la microcápsula comprende 1 a 40%, mas preferiblemente 2 a 20%, y en forma mayormente preferida 2 a 10% en peso de supresor de explosión con relación al peso en seco de la microcápsula.

La microcápsula de la invención se basa en la presencia de por lo menos un material perfumante o saborizante y un material portador polimérico.

20 El ingrediente perfumante o saborizante, en la forma de un solo ingrediente o en la forma de una composición, en forma aislada u opcionalmente en una solución o suspensión en solventes y adyuvantes de uso corriente, representa de 1 a 70% y preferentemente de 15 a 60%, preferentemente de 20 a 45% en peso con relación al peso total de la microcápsula.

25 Las expresiones "ingrediente o composición de perfume o sabor" tal como se usan en la presente definen una variedad de materiales de fragancias y sabores, tanto de origen natural como sintético. Incluyen compuestos simples y mezclas. Los ejemplos específicos de tales componentes pueden encontrarse en la bibliografía actual, por ejemplo, en *Perfume and Flavour Chemicals* de S. Arctander, Montclair, N.J. (EE.UU); *Fenaroli's Handbook of Flavour Ingredients*, CRC Press o *Synthetic Food Adjuncts* de M.B. Jacobs, van Nostrand Co. Inc., y otros libros de textos similares, y resultan bien conocidos para los experimentados en la técnica relacionada con productos de consumo perfumantes, saborizantes y/o aromatizantes, es decir, que imparten un olor o un sabor al producto de consumo.

30 De acuerdo con la presente invención, el ingrediente o composición perfumante o saborizante se dispersa o absorbe en un material portador.

Preferiblemente, el material portador comprende carbohidratos. Por ejemplo, el material portador comprende mono-, oligo- y/o polisacáridos, en donde los prefijos oligo- y poli- se definen a continuación.

35 En una realización de la presente invención, el material portador comprende un material portador monomérico, oligomérico o polimérico o mezclas de dos o más de los mismos. Un portador oligomérico es un portador en donde 2-10 unidades monoméricas se unen por medio de enlaces covalentes. Por ejemplo, si el portador oligomérico es un carbohidrato, el portador oligomérico puede ser sacarosa, lactosa, rafinosa, maltosa, trehalosa, fructo-oligosacáridos, entre algunos ejemplos.

40 Los ejemplos de materiales de portador monomérico son glucosa, fructosa, manosa, galactosa, arabinosa, fucosa, sorbitol, manitol, por ejemplo.

45 Los portadores poliméricos tienen más de 10 unidades monoméricas que están unidas por enlaces covalentes. Los ejemplos no limitativos de éstos últimos incluyen acetato de polivinilo, alcohol polivinílico, dextrinas, maltodextrinas, almidón natural o modificado, gomas vegetales, pectinas, xantanas, alginatos, carragenina o derivados de celulosa tales como, por ejemplo, carboximetilcelulosa, metilcelulosa o hidroxietilcelulosa, y en general todos los materiales usados actualmente para encapsulación de sustancias volátiles. Preferiblemente, el portador polimérico comprende maltodextrina. En forma mayormente preferida, comprende maltodextrina y almidón modificado, tal como, por ejemplo, almidón succinilado con alquenilo.

50 En otra realización, el ingrediente o composición perfumante o saborizante es absorbido dentro de un material portador polimérico. Como ejemplos no limitantes de este último, se pueden citar sílice amorfa, sílice precipitada, sílice ahumada y aluminosilicatos tales como zeolita y alúmina.

De acuerdo con un aspecto, la presente invención proporciona métodos para la preparación de microcápsulas perfumantes y saborizantes que comprenden un supresor de explosión. Existen varias alternativas en cuanto al método de preparación de las microcápsulas de la invención. En una primera realización, el supresor de explosión se agrega a una emulsión acuosa que consiste en el ingrediente o composición perfumante o saborizante dispersado en el material portador polimérico. La emulsión obtenida se seca después por aspersión para formar un polvo. Opcionalmente, puede agregarse un emulsionante a la emulsión inicial. Esta técnica de encapsulación no requiere una descripción más detallada en la presente, ya que depende de técnicas de secado por aspersión convencionales, que se encuentran perfectamente bien documentadas en la técnica anterior (Ver, por ejemplo, *Spray-Drying Handbook*, 2da ed., K. Masters; John Wiley (1979)) y que actualmente se aplican en la industria alimenticia o en las industrias de sabores y perfumes.

En otra realización, el supresor de explosión, en la forma de un polvo sólido, es simplemente mezclado con un polvo secado por aspersión formado a partir de la emulsión acuosa del ingrediente o composición perfumante o saborizante en el material portador polimérico y el emulsionante.

Una tercera alternativa para la preparación de las microcápsulas de la invención que presentan una reacción de explosión de violencia reducida, es adsorber en primer lugar el ingrediente o composición perfumante o saborizante dentro de un material portador polimérico poroso como se describió anteriormente para luego recubrir el sistema resultante con un supresor de explosión. Este método de preparación puede llevarse a cabo en un aparato de lecho fluidizado, de acuerdo con las técnicas convencionales, tales como las que se describen, por ejemplo, en los documentos EP 70719 o en US 6.056.949. Las partículas formadas por adsorción de un ingrediente o composición de perfume o sabor dentro del portador pueden así ser revestidas después de la granulación, por ejemplo, rociando una solución, emulsión o fusión del supresor de explosión, que forma una película protectora alrededor del núcleo.

Durante el proceso de granulación, también pueden usarse aditivos usuales, tales como endulzantes artificiales, tintes de alimentos, vitaminas, antioxidantes, agentes antiespuma, generadores de ácido carbónico, o saborizantes adicionales, etc., que pueden agregarse al material de núcleo o a la emulsión por aspersión.

Las microcápsulas de la invención tienen un diámetro promedio que varía de 5 a 800 μm , más preferiblemente de 50 a 300 μm .

En un aspecto, la presente invención proporciona un método para reducir la violencia de explosión de una composición en polvo. La composición es preferiblemente una composición perfumante o saborizante. Más preferiblemente, es una composición que comprende microcápsulas saborizantes y/o perfumantes. La violencia de explosión se determina por la constante K_{st} que se describe anteriormente. La adición del supresor de explosión a una composición en polvo puede formarse agregando un polvo secado por aspersión. Sin embargo, se incluye cualquier forma de adición seca o húmeda del supresor de explosión a una composición en polvo. Por ejemplo, la adición es una mezcla en seco o combinación en seco con los componentes de la composición en polvo. Alternativamente, el supresor de explosión puede incorporarse en y/o dentro de las partículas de la composición en polvo. Esta etapa puede realizarse agregando el supresor de explosión a una emulsión acuosa dispersada en un material portador polimérico tal como se describe anteriormente, seguido por secado de la emulsión obtenido, por ejemplo, mediante secado por aspersión.

En otra alternativa, el supresor de explosión puede ser simplemente usado para revestir una composición en polvo. El recubrimiento puede realizarse sobre material portador polimérico poroso, por ejemplo, con un aparato de lecho fluidizado, según se describe anteriormente.

Las microcápsulas de la invención pueden utilizarse en forma ventajosa para impartir, mejorar, o modificar las propiedades organolépticas de una gran variedad de productos finales comestibles o perfumados. En el campo de la perfumería, las microcápsulas perfumadas que resultan de cualquier realización del proceso de la presente invención pueden incorporarse en una composición perfumante tal como perfume, colonia o una loción para después de afeitarse, o pueden agregarse a productos funcionales, tales como detergentes o suavizantes de ropa, jabones, geles de baño o ducha, desodorantes, lociones para el cuerpo, champús y otros productos para el cuidado del cabello, limpiadores domésticos, bloques desodorizantes y limpiadores para inodoros. Por otro lado, en el caso de sabores encapsulados, los productos de consumo susceptibles de ser saborizados por las microcápsulas de la invención pueden incluir alimentos, bebidas, productos farmacéuticos y similares.

Las concentraciones en las que pueden incorporarse las microcápsulas de la invención en tales productos de consumo varían en una amplia gama de valores, que dependen de la naturaleza del producto que va a ser perfumado o saborizado. Las concentraciones típicas que se tomarán estrictamente a modo de ejemplo, comprenden un intervalo de valores tan amplio como de unas pocas ppm hasta 5 ó 10% del peso de la composición saborizante o perfumante o el producto de consumo terminado dentro del cual son incluidas.

La invención se ilustrará ahora, sin limitarse a ello, por medio de los siguientes ejemplos, en donde las temperaturas se indican en grados centígrados y las abreviaturas tienen su significado común en la técnica.

Realizaciones de la Invención**Ejemplos 1 - 9****Secado por aspersión de emulsiones perfumantes que comprenden un supresor de explosión**

- 5 Se prepararon nueve emulsiones perfumantes a base de composiciones diferentes que se indican en la Tabla 1 a continuación (partes en peso). Las composiciones se basan en dos composiciones perfumantes diferentes (perfume A y perfume B), con lo que se compararon diferentes supresores de explosión:

| <u>Ejemplo</u> | <u>Supresor de explosión</u> |
|----------------|---|
| 1 y 2 | citrato de Na ₃ |
| 3 y 4 | ácido cítrico |
| 5 y 6 | citrato de K ₃ |
| 7 y 8 | NaH ₂ PO ₄ (técnica anterior) |
| 9 | ninguno (control) |

- 10 En los Ejemplos 1-9 dados en la Tabla 1, los estabilizadores fueron primero disueltos en el perfume. Los ingredientes restantes fueron homogeneizados con una cantidad equivalente de agua y luego el perfume fue emulsionado en esta dispersión por medio de un agitador rápido tipo Silverstone. Las mezclas se secaron después por aspersión en un aparato Sodeva con una salida de emulsión de 2 kg/h, aire de secado: 320 m³/h a 350 °C y 0.45 x 10⁵ Pa.

Se obtuvieron entonces 9 microcápsulas que comprendían polvos finos, en donde el diámetro de la microcápsula estaba comprendido entre 10 y 100 µm y el contenido de perfume líquido fue de 36-40% en peso.

- 15 El carácter explosivo de los polvos se midió con un aparato de esfera 201 (ver Directiva VDI 2263 parte 1: *Dust Fires and Dust Explosions, Hazard Assessment Protective Measures, Test Methods for the Determination of Safety Characteristics of Dusts*, Procedimiento estándar ISO 6184/1, Beuth, Berlín, mayo de 1990), y a los polvos se atribuyeron las clases de peligrosidad St-1 (Ejemplos 1-8, que comprendían agentes ignífugos), y St- 2-3 (Ejemplo 9, sin agente ignífugo), ver detalles en Tabla 1.

- 20 A partir de la Tabla 1, puede verse que el ácido cítrico, citrato de sodio y potasio redujeron efectivamente la violencia explosiva de las microcápsulas. El supresor de explosión más efectivo fue citrato de potasio, que se agregó a 5% de la composición y que redujo la explosividad a 119 Kst (perfume B) y 132 Kst (perfume A), respectivamente. El citrato de potasio tuvo así el mismo o incluso mejor efecto de reducción de violencia de explosión que el supresor de explosión de la técnica anterior (documento WO 03/043728), fosfato de mono-sodio, que se usó a concentraciones mucho mayores (15% en peso, Ejemplo 9).

- 25 En conclusión, los nuevos supresores de explosión de la presente invención pueden reducir la violencia de explosión de las microcápsulas perfumantes y son efectivos en una concentración sustancialmente menor que los supresores de explosión usados en composiciones similares de la técnica anterior.

Tabla 1: Composiciones de polvos de fragancia secados por aspersión

| Ejemplo | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
|---|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|--------------------|
| Perfume A ¹⁾ | | 40,00 | | 40,00 | | 40,00 | | 40,00 | 40,00 |
| Perfume B ¹⁾ | 40,00 | | 40,00 | | 40,00 | | 40,00 | | |
| Estabilizantes | 1,00 | 1,00 | 1,00 | 1,00 | 1,00 | 1,00 | 1,00 | 1,00 | 1,00 |
| Ácido cítrico | 2,50 | 2,50 | 5,46 | 5,46 | 2,50 | 2,50 | 2,50 | 2,50 | 2,50 |
| Citrato de Na ₃ x 2 H ₂ O | 4,53 | 4,53 | | | | | | | |
| Citrato de K ₃ x1 H ₂ O | | | | | 5,00 | 5,00 | | | |
| NaH ₂ PO ₄ | | | | | | | 15,00 | 15,00 | |
| Agente antiexplosión | 0,10 | 0,10 | 0,10 | 0,10 | 0,10 | 0,10 | 0,10 | 0,10 | 0,10 |
| Capsul ₂₎ | 40,67 | 40,67 | 42,24 | 42,24 | 40,20 | 40,20 | 33,20 | 33,20 | 48,20 |
| Otros carbohidratos | 11,2 | 11,2 | 11,2 | 11,2 | 11,2 | 11,2 | 9,7 | 9,7 | 9,7 |
| Clase explosividad/KST (bar x m/s) | CLASE 1/174 | CLASE 1/158 | CLASE 1/198 | CLASE 1/190 | CLASE 1/118 | CLASE 1/132 | CLASE 1/149 | CLASE 1/117 | CLASE 2- 3/>250 |
| Perfume encapsulado | 36,90% | 40,00% | 36,40% | 37,90% | 36,90% | 37,90% | 40,00% | 38,50% | n.d. |

1) Origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza

2) Diocetilsuccinato de dextrina; origen: National Starch, EEUU

Ejemplo 10Higroscopía de los nuevos supresores de explosión en comparación con la técnica anterior

5 La higroscopiedad (la tendencia a absorber agua) de las microcápsulas de los Ejemplos 5 (presente invención) y 7 (técnica anterior) se determina en un *Dynamic Vapor Sorption*, comercializado por Surface Measurements Systems Ltd, 3 Warple Mews, Warple Way, Londres, W3 ORF, a una humedad relativa en aumento (40%, 50%, 60%, 70%, 80%) para determinar el punto de "fusión" de los dos polvos a 30°C. El "punto" de fusión, en el contexto del presente Ejemplo 10, se refiere a la humedad relativa a la cual un polvo ha absorbido tanta agua que pierde su aspecto de polvo y comienza a fluir como un líquido, es decir, se "funde". La humedad relativa específica a la cual se produce esta fusión puede determinarse debido a la observación del polvo durante la absorción de agua desde el aire húmedo con la ayuda de una cámara.

10 Las microcápsulas perfumantes del Ejemplo 5, que comprenden 5% de citrato de potasio "se funden" a una humedad relativa del 80%, mientras que el polvo perfumante del Ejemplo 7 (técnica anterior) ya se funde al 60% de humedad relativa. En un ensayo adicional, se preparó una composición perfumante en polvo que comprende 15% citrato de potasio, se fusionó o fundió a 70% de humedad relativa.

15 La diferencia en higroscopiedad en polvos que comprenden microcápsulas de la presente invención puede atribuirse, sin ajustarse a la teoría, en primer lugar al hecho de que el citrato de potasio lleva a polvos con menos higroscopiedad que el fosfato de sodio. Además, se necesita menos supresor de explosión, lo que reduce además la higroscopiedad del polvo. En conclusión, la presente invención en forma sorprendente proporciona composiciones perfumantes en polvo que soportan medios muy húmedos de hasta 80% de humedad relativa a 30°C.

Ejemplo 11

20 En base a la composición de las microcápsulas perfumantes que se indican más adelante, las microcápsulas se preparan por mezclado en seco de un polvo secado por perfumante con un supresor de explosión en forma de polvo.

Mezcla en seco con supresor de explosión

Una emulsión de la siguiente composición se secó por aspersion en un secador por aspersion Büchi (origen: Suiza):

| <u>Ingredientes</u> | <u>gramos</u> |
|---------------------------------------|---|
| Agua | 150.0 |
| Capsul ⁽¹⁾ | 67.0 |
| Concentrado de perfume ⁽²⁾ | 33.0 |
| Total | 250.0 |
| 1) | dioctenilsuccinato de dextrina; origen: National Starch, EEUU |
| 2) | origen: Firmenich SA, Ginebra, Suiza |

25 El rendimiento teórico después de la evaporación de agua es de 100 g de polvo que contiene 33% de perfume.

El carácter explosivo del polvo se mide con un aparato de esferas de 201 (ver Ejemplos 1-9), y al polvo se le atribuyó la peligrosidad clase St-2.

El mismo polvo es luego mezclado con citrato de potasio (citrato K₃ x 1 H₂O) en una forma de polvo, en una relación de 85:15.

30 El análisis del carácter explosivo de la mezcla homogénea, preparada en las mismas condiciones demostró que la mezcla se clasifica como St-I.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una microcápsula perfumante o saborizante que comprende por lo menos un ingrediente perfumante o saborizante dispersado o adsorbido en un material portador, **caracterizada porque** la microcápsula comprende además una cantidad de 0,5 a 80% en peso, relativa al peso en seco de la microcápsula, de un supresor de explosión seleccionado a partir del grupo de ácidos carboxílicos C₁-C₁₂, sales de ácidos carboxílicos C₁-C₁₂ y mezclas de los mismos.
2. La microcápsula perfumante o saborizante de conformidad con la reivindicación 1, en la que los ácidos carboxílicos y/o las sales de los mismos son ácidos carboxílicos de hidrocarburos hidroxil y/o ceto-funcionalizados y/o sales de los mismos
- 10 3. La microcápsula perfumante o saborizante de conformidad con la reivindicación 1, en la que los ácidos carboxílicos y/o las sales de los mismos son ácidos di- y tri- o multi-carboxílicos y/o las sales de los mismos.
4. La microcápsula perfumante de conformidad con la reivindicación 1, en la que el ácido carboxílico y/o las sales de los mismos son seleccionados entre ácidos carboxílicos C₂-C₆ y/o las sales de los mismos.
- 15 5. La microcápsula perfumante o saborizante de conformidad con la reivindicación 1, **caracterizada porque** el ácido carboxílico se selecciona entre el grupo que consiste en ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico, ácido isobutírico, ácido valérico, ácido caproico, ácido cítrico, ácido succínico, ácido hidroxisuccínico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido oxálico, ácido glioxílico, ácido adípico, ácido láctico, ácido tártrico, ácido salicílico, ácido ascórbico, las sales de potasio, calcio y/o sodio, de cualquiera de los ácidos antes mencionados, y mezclas de cualquiera de ellos.
6. La microcápsula perfumante o saborizante de conformidad con la reivindicación 1, en la que el material portador comprende materiales portadores monoméricos, oligoméricos o poliméricos, o mezclas de dos o más de los mismos.
- 20 7. La microcápsula perfumante o saborizante de conformidad con la reivindicación 1, **caracterizada porque** comprende de 1 a 40% en peso del supresor de explosión con relación al peso en seco de la microcápsula.
8. La microcápsula perfumante o saborizante de conformidad con la reivindicación 1, **caracterizada porque** comprende 5 a 70% en peso de perfume o sabor con relación al peso total de la microcápsula.
- 25 9. La microcápsula de la reivindicación 1, en la que el supresor de explosión está presente en una cantidad del 2% al 20% en peso de la cápsula y el ingrediente perfumante o saborizante está presente en una cantidad del 15 al 60% en peso de la microcápsula.
10. La microcápsula de la reivindicación 1, en la que los ingredientes perfumantes o saborizantes están presentes en una cantidad del 20 al 45% en peso de las microcápsulas.
- 30 11. Procedimiento de preparación de microcápsulas perfumantes o saborizantes de conformidad con la reivindicación 1, que comprende agregar un supresor de explosión seleccionado entre el grupo que consiste en ácidos carboxílicos C₁-C₁₂ sales de ácidos carboxílicos C₁-C₁₂ y mezclas de los mismos a una emulsión acuosa del ingrediente perfumante o saborizante en el material polimérico portador, y secar por aspersion la emulsión obtenida para formar un polvo.
- 35 12. Procedimiento de preparación de microcápsulas perfumantes o saborizantes de conformidad con la reivindicación 1, que comprende secar por aspersion una emulsión acuosa de un ingrediente perfumante o saborizante en un portador polimérico, y mezclar en seco el polvo secado por aspersion obtenido con un supresor de explosión seleccionado entre el grupo que consiste en ácidos carboxílicos C₁-C₁₂, sales de ácidos carboxílicos C₁-C₁₂, y mezclas de los mismos en forma de polvo.
- 40 13. Procedimiento de preparación de microcápsulas perfumantes o saborizantes de conformidad con la reivindicación 1, que comprende impregnar un material portador polimérico poroso con el ingrediente perfumante o saborizante y revestir el sistema resultante con un supresor de explosión seleccionado entre el grupo que consiste en ácidos carboxílicos C₁-C₁₂ sales de ácidos carboxílicos C₁-C₁₂, y mezclas de los mismos.
14. Uso de un supresor de explosión seleccionado entre el grupo que consiste en ácidos carboxílicos C₁-C₁₂ sales de ácidos carboxílicos C₁-C₁₂ y mezclas de los mismos en la composición de una microcápsula para reducir la violencia de la explosión de la microcápsula.
- 45 15. Procedimiento para reducir la violencia de explosión de una composición en polvo, caracterizado porque comprende la etapa de:
- agregar a la composición en polvo un agente ignífugo seleccionado entre el grupo que consiste en ácidos carboxílicos C₁-C₁₂, sales de ácidos carboxílicos C₁-C₁₂ y mezclas de los mismos a la composición en polvo, y/o

- incorporar el ignífugo en y/o dentro de las partículas de la composición en polvo, y/o,
- revestir con el agente ignífugo la composición en polvo.

5 **16.** Un producto perfumado seleccionado entre el grupo que consiste en un perfume, colonia, una loción para después de afeitar, un jabón, un gel de baño o ducha, un desodorante, una loción para el cuerpo, un champú u otro producto para el cuidado del cabello, un detergente, un suavizante para la ropa, limpiadores domésticos, bloques desodorizantes y limpiadores para inodoros, **caracterizado porque** comprende microcápsulas perfumantes de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.

17. Un alimento, bebida o producto farmacéutico, **caracterizado porque** comprende microcápsulas saborizantes de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.