

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 397 805**

51 Int. Cl.:

**A23K 1/00** (2006.01)

**A23K 1/16** (2006.01)

**A23L 1/00** (2006.01)

**A23L 1/22** (2006.01)

**A61Q 19/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.03.2004 E 09152282 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.10.2012 EP 2060189**

54 Título: **Adsorbatos conteniendo principio activo**

30 Prioridad:

**14.03.2003 DE 10311585**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**11.03.2013**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)  
67056 Ludwigshafen , DE**

72 Inventor/es:

**HABICH, ANDREAS;  
HARTLEBEN, YORK y  
WELLER, DIETMAR**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

**ES 2 397 805 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**

Adsorbatos conteniendo principio activo

Las preparaciones que contienen un principio activo tienen importancia en una multitud de aplicaciones industriales, han de citarse ejemplarmente agentes alimentarios, agentes alimentarios animales o agentes cosméticos.

5 Común a todas las aplicaciones es el problema de preparar el respectivo principio activo en una formulación industrialmente manipulable y al mismo tiempo no perjudicar a la estabilidad de los principios activos. En la estabilidad de los principios activos tienen gran importancia particularmente la estabilidad de mezclas más complejas, como por ejemplo, productos alimentarios animales, particularmente las llamadas "premezclas". Además es deseable una carga alta de formulaciones.

10 En el estado actual de la técnica se ha aplicado para ello una multitud de recomendaciones de disolución.

La US 4,434,187 describe preparaciones para el adobado de la carne que, además de los agentes de tratamiento de la carne, contiene vitamina E, eventualmente lecitina así como partículas de sílice. Las partículas de sílice apropiadas conforme a la US 4,434,187 presentan un tamaño medio de partícula de 1,5 a 9 µm.

15 La WO 97137546 A1 (EP 1 006 806) describe preparaciones de libre fluencia, que pueden contener una mezcla de grasas y opcionalmente un material de relleno. Como material de relleno se cita el sílice. Las preparaciones allí descritas son mezclas físicas de grasas con el material de relleno y ningún adsorbato.

La WO 00/27362 A1 (EP 1 133 279) describe mezclas secas, de libre fluencia de tocoferoles líquidos, que contienen almidón de maíz y sílice. La sílice usada tiene un tamaño de partícula de 40 - 50 µm.

20 La WO 92/13531 A1 (EP 524 308) describe preparaciones con mayor biodisponibilidad de vitamina E, un emulgente tensoactivo y por lo menos un soporte inerte. Como soporte inerte se mencionan, entre otros, celulosa microcristalina, dióxido de silicio, almidón. Las mezclas de vitamina E y tensoactivo tienen que tener un valor de HLB de 7 a 14, para proporcionar una elevada biodisponibilidad necesaria conforme a la invención.

25 La US 4,617,294 describe partículas granulares de sílice de libre fluencia con un tamaño de partícula de 0,14 mm a 0,84 mm y su empleo como adsorbente para las vitaminas. No se discute el empleo de estabilizadores. La US 4,617,294 describe en la pág. 3, líneas. 44-45, que las vitaminas liposolubles pueden encontrarse en un aceite.

La EP 0 062 225 B1 (BASF Corp.) describe polvo de vitamina E secado por atomizado a base de gelatina hidrolizada y caseinatos, que se elabora con del 0,5 al 2,0 % en peso de dióxido de silicio como auxiliar de secado por atomizado o agentes de espolvoreo.

30 La EP 0 326 026 B1 (BASF AG) describe dispersiones o emulsiones conteniendo vitaminas, que se transforman mediante los pasos de secado habituales en sólidos granulares o en polvo. Las preparaciones pueden contener auxiliares de fluencia, como por ejemplo, dióxido de silicio así como materiales de relleno, como por ejemplo, almidón y silicatos.

35 La JP 07-133491 describe preparaciones compactas, que contienen una sustancia liposoluble. Se obtienen aplicando compuestos líquidos liposolubles sobre silicatos y compactando posteriormente. Como silicatos apropiados se utilizan partículas esféricas con un tamaño de partícula de 20 a 30 µm (productos comerciales Carplex del fabricante Shionogi & Co.). Las preparaciones así comercializadas sirven como forma de administración casi inodora particularmente para aceites de pescado.

En la EP 0 229 652 A2 se muestran preparaciones basadas en los tocoferoles como componente a adsorber.

40 Todas las soluciones técnicas propuestas son, sin embargo, insatisfactorias en lo que a la estabilidad de los principios activos se refiere, particularmente en matrices más complejas, como productos alimentarios y/o agentes alimentarios animales. A esto se le añade, que en el caso de estas aplicaciones se trate generalmente de procesos, que supongan requisitos particulares en la manipulación (buenas propiedades de fluencia, pobreza de polvo, baja cohesividad, escaso poder de retención del aire, etc.) así como la ulterior procesabilidad (alta precisión en la dosificación, ninguna separación de las mezclas en las mezclas con otros componentes). Las formulaciones  
45 deberían particularmente poder producirse simplemente en los aparatos industriales convencionales.

El objeto de la presente invención consiste, en consecuencia, en proporcionar formulaciones conteniendo principios activos que se pueda manipular bien y, al mismo tiempo, garanticen una alta estabilidad de los principios activos en las preparaciones. El objeto de la presente invención consiste en proporcionar preparaciones, que posibiliten introducir principios activos en sustratos complejos, por ejemplo, en productos alimentarios animales o premezclas u otras mezclas para productos alimentarios animales, sin que conlleve la formación de grumos o fenómenos de separación de mezclas u otros inconvenientes de aplicación o manipulación o empaquetamientos del sustrato con obtención de la estabilidad del principio activo. Además es particularmente interesante, que los demás constituyentes del sustrato complejo no se vean afectados por la adición.

Tiene sentido además, que los principios activos en las formulaciones sean aptos para rumiantes.

Los objetos conformes a la invención se resuelven con un procedimiento para la elaboración de adsorbatos apropiados para la alimentación humana o animal así como aplicaciones cosméticas conforme a la reivindicación 1.

Los adsorbatos, en el sentido de la presente invención, son particularmente preparaciones, en las que por lo menos un 10% en peso, particularmente al menos un 20, preferentemente por lo menos un 30, de manera especialmente preferente por lo menos un 40, particularmente por lo menos el 50% en peso de las sustancias a adsorber (suma de todos los componentes del adsorbato sin el soporte (C), es decir convencionalmente por lo menos el principio activo (A) y el estabilizador (B)), se encuentre en el volumen interior de poros del soporte (C). El volumen interno de poros de un soporte puede determinarse como volumen vacío por el método del DPB (dibutilftalato) DIN 53601.

Se prefieren especialmente los adsorbatos, en los que por lo menos un 60 % en peso, preferentemente al menos un 70 % en peso, particularmente por lo menos el 80 % en peso se encuentre en el volumen interior de poros del soporte.

Frente a las preparaciones descritas en la JP-07-133491, los adsorbatos de la presente invención se caracterizan por mejores ventajas de manipulación y de aplicación. Además, los adsorbatos pueden obtenerse por técnicas habituales de capa fluidizada y mezclado.

Las preparaciones conteniendo vitaminas descritas en la US 4,617,294 no contienen ningún estabilizador en el sentido de la presente invención y no presentan un alto grado de estabilidad durante el almacenamiento o en matrices complejas.

#### Sustancias a adsorber (A)

Como componente (A) se pueden emplear ácidos octadecapoliénicos conjugados, en los que menos del 5% de la proporción de ácido graso sean isómeros del ácido 11,13-octadecadiénico, isómeros del ácido 8,10-octadecadiénico-, isómeros del ácido cis-,cis- octadecadiénico- o isómeros del ácido trans-, trans- octadecadiénico- o mezclas de estos isómeros.

Como componente (A) se prefieren especialmente los ácidos octadecapoliénicos conjugados, en los que menos del 3% de la proporción de ácido graso sean isómeros del ácido 11,13-octadecadiénico, 8-,10-octadecadiénico, cis-,cis-octadecadiénico o trans-, trans-ácido octadecadiénico o mezclas de estos isómeros.

Como componente (A) se prefieren especialmente los ácidos octadecapoliénicos conjugados, en los que menos del 1% de la proporción de ácido graso sean isómeros del ácido 11,13-octadecadiénico, isómeros del ácido 8,10-octadecadiénico-, isómeros del ácido cis-,cis- octadecadiénico- o isómeros del ácido trans-, trans- octadecadiénico- o mezclas de estos isómeros.

En un modo de ejecución preferente de la invención, si se utilizan ácidos grasos insaturados como componente (A) a adsorber, se utilizan como estabilizadores (B) por lo menos un compuesto de la clase de sustancias de los queladores (b-4) y al menos un compuesto de la clase de sustancias de los emulgentes (b-2).

En este contexto se prefieren especialmente los queladores (b-4) seleccionados del grupo compuesto por ácido salicílico, citrato esteárico, ácido tartárico y ácido cítrico.

En este contexto se prefieren especialmente los emulgentes (b-2) seleccionados del grupo compuesto por:

- productos de adición de 15 a 60 moles de óxido de etileno en aceite de ricino y/o aceite de ricino endurecido; como por ejemplo, los productos comercializados con los nombres comerciales Cremofor (BASF AG).

- Ésteres de poliol y particularmente de poliglicerina, como por ejemplo, poliricinoleato de poliglicerina, poli-12-hidroxiestearato de poliglicerina o dimerato de poliglicerina. Asimismo son apropiadas mezclas de compuestos de varias de estas clases de sustancias; y

- productos de adición de 2 a 15 moles de óxido de etileno en aceite de ricino y/o aceite de ricino endurecido;

5 Estabilizador (B)

Como estabilizadores se utilizan compuestos, seleccionados del grupo compuesto por b-1) glicéridos, b-2) emulgentes, b-3) polisacáridos y/o b-4) queladores.

10 Conforme a la invención se pueden utilizar claramente tanto las mezclas de compuestos de las clases de sustancia de los propios estabilizadores (B), como también las mezclas de compuestos de diversas clases de sustancia. El experto selecciona el estabilizador y/o las mezclas de estabilizadores además en función del componente (A) a adsorber.

Se prefiere especialmente la aplicación de por lo menos un compuesto de la clase de sustancias de los glicéridos b-1) y por lo menos un compuesto de la clase de sustancias de los emulgentes b-2).

15 Se prefiere la aplicación de, al menos, un compuesto de la clase de sustancias de los glicéridos b-1) y de por lo menos un compuesto de la clase de sustancias de los polisacáridos b-3).

Se prefiere el empleo de, al menos, un compuesto de la clase de sustancias de los glicéridos b-1) y de por lo menos un compuesto de la clase de sustancias de los queladores b-4).

Se prefiere la aplicación de, al menos, un compuesto de la clase de sustancias de los emulgentes b-2) y por lo menos de un compuesto de la clase de sustancias de los polisacáridos b-3).

20 Se prefiere la aplicación de, al menos, un compuesto de la clase de sustancias de los emulgentes b-2) y por lo menos de un compuesto de la clase de sustancias de los queladores b-4).

Se prefiere la aplicación de, al menos, un compuesto de la clase de sustancias de los polisacáridos b-3) y por lo menos de un compuesto de la clase de sustancias de los queladores b-4).

25 Se prefiere especialmente la aplicación de, al menos, un compuesto de la clase de sustancias de los glicéridos b-1), por lo menos de un compuesto de la clase de sustancias de los emulgentes b-2) así como de, al menos, un compuesto de la clase de sustancias de los polisacáridos b-3).

Se prefiere especialmente el uso de por lo menos un compuesto de la clase de sustancias de los glicéridos b-1), al menos un compuesto de la clase de sustancias de los emulgentes b-2) así como por lo menos un compuesto de la clase de sustancias de los queladores b-4).

30 Se prefiere especialmente el empleo de, al menos, un compuesto de la clase de sustancias de los emulgentes b-2), por lo menos un compuesto de la clase de sustancias de los polisacáridos b-3) así como al menos un compuesto de la clase de sustancias de los queladores b-4).

35 Se prefiere especialmente la aplicación de por lo menos un compuesto de la clase de sustancias de los glicéridos b-1), al menos un compuesto de la clase de sustancias de los polisacáridos b-3) así como por lo menos un compuesto de la clase de sustancias de los queladores b-4).

b-1 glicéridos

En un modo de ejecución preferente, como estabilizador (B) se utiliza por lo menos un compuesto, seleccionado de la clase de sustancias de los glicéridos (b-1).

40 Como estabilizadores se utilizan preferentemente por lo menos 2, particularmente al menos 3 compuestos seleccionados de la clase de sustancias de los glicéridos (b-1).

Se entiende por "glicérido" una glicerina ésterificada con uno, dos o tres radicales ácido carboxílico (mono-, di- o triglicéridos). Por "glicérido" se entiende también una mezcla de diversos glicéridos. El glicérido o mezcla de ellos puede contener otros aditivos, por ejemplo, ácidos grasos libres.

## ES 2 397 805 T3

El glicérido utilizado puede ser un aceite de glicérido sintético o natural o un derivado de estos. Por "glicérido" se entienden también los ésteres de ácido graso sintéticos o naturales y/o aceites y grasas conteniendo glicéridos.

5 Con "glicérido" se comprenden además, los derivados de la glicerina. Particularmente aquellos derivados en los que la composición de ácido graso de los glicéridos naturales no conjugados o saturados no haya variado esencialmente.

Se prefieren los glicéridos sintéticos o naturales que contengan radicales acilo con de 1 a 22 átomos de carbono, preferentemente con de 12 a 18 átomos de carbono. Se prefieren especialmente los aceites y grasas naturales, que contengan radicales acilo saturados y/o mono- o poli-insaturados con más de 12, particularmente más de 16 átomos de carbono y menos de 22 átomos de carbono, preferentemente de 18 a 20 átomos de carbono.

10 Se entiende por el término "aceite" o "grasa" una mezcla de ácidos grasos, que contenga ácido(s) graso(s) saturados, insaturados, lineales y/o ramificados esterificados. Los ácidos grasos tienen además convencionalmente de 1 a 22, particularmente de 12 a 18, preferentemente de 12 a 16 átomos de carbono.

15 El aceite o grasa puede contener otros ácidos grasos saturados o insaturados diferentes. Particularmente puede variar, dependiendo del procedimiento de elaboración de la proporción de los diversos ácidos grasos en el aceite o grasa. Los ésteres de ácido graso están asimismo comprendidos por la formulación conforme a la invención, particularmente ésteres de ácido graso producidos en la elaboración de aceites a partir de materiales vegetales. Por ejemplo, han de citarse los ésteres C<sub>1</sub> a C<sub>12</sub> alquílicos de ácido graso. Los ésteres de ácido graso se encuentran preferentemente como glicérido, particularmente como triglicérido.

20 Como material de partida vegetal o animal se pueden emplear, por ejemplo, aceite de oliva, aceite de coco, grasa de coco, aceite de sésamo, aceite de germen de arroz, aceite de bambú, grasa de bambú, aceite de girasol, aceite de colza, aceite de pescado, aceite de soja, aceite de palma, aceite de azafranillo, aceite de lino, aceite de germen de trigo, aceite de cacahuete, aceite de semilla de algodón, aceite de germen de maíz, grasa de cerdo, grasa de vacuno, grasa de ave, grasa de la leche, aceite de atún o aceite de carite o un derivado o una mezcla de estos. Se pueden emplear asimismo aceites y grasas hidratados o parcialmente hidratados

25 La siguiente Tabla reúne los glicéridos apropiados:

Glicérido	Nombre comercial [fabricante]	Composición	Intervalo de fusión	n° CAS/ INCI
	Shoguwar 41 [Aarhus Olive]	aceite de soja hidratado	aprox. 41 °C	
	Rucawar FH [Aarhus Olie]	aceite de colza hidratado	aprox. 61 °C	
	Precirol ATO 5 [Gattefosse]	mono-, di-, triglicéridos del ácido palmítico y esteárico	aprox. 60 °C	555-44-2 555-43-1
	Biogapress Vegetal ATO [Gattefosse]	éster del ácido palmítico y esteárico	60 - 65 °C	
	Compritol 888 [Gattefosse]	mono-, di-, triésteres del ácido behénico y araquidónico	aprox. 75 °C	94201-62-4 18641-57-1 30233-64-8
	Compritol E [Gattefosse]	mono-, di-, triglicéridos del ácido behénico	75 - 80 °C	18641-57-1
	Vegeol CO-52S [Aarhus Olie]	mezcla de ácido palmítico y ácido esteárico	60 - 65 °C	

(continuación)

Palmowar FH [Aarhus Olie]	mezcla de ácido palmítico y ácido esteárico	60 - 65 °C	
Colzawar 46 [Aarhus Olie]	mezcla de ácido palmítico y ácido esteárico	50 - 55 °C	
Vegeol PR-267 [Aarhus Olie]	mezcla de Colzawar 46 y Rucawar FH	aprox. 70 °C	
Vegeol PR-269 [Aarhus Olie]	mezcla de Vegeol CO-52S y Palmowar FH	60 - 65 °C	
Cutina CP [Henkel / Cognis]	cetilpalmitato sintético	46 - 51 °C	95912-87-1
Edenor NHTi [Cognis]	sebo vacuno hidratado	56-61 °C	67701-27-3
Edenor NHTi V [Cognis]	grasa vegetal con distribución similar de cadenas carbonadas que el sebo vacuno hidratado	57-61 °C	67701-27-3

Emulgentes b-2

- 5 En un modo de ejecución preferente, como estabilizador (B) se utiliza por lo menos un compuesto seleccionado de la clase de sustancias de los emulgentes (b-2).

Como estabilizadores se utilizan preferentemente por lo menos 2, particularmente al menos 3 compuestos seleccionados de la clase de sustancias de los emulgentes (b-2).

- 10 Como emulgentes se emplean, por ejemplo, tensoactivos no iogénicos constituidos por al menos uno de los siguientes grupos:

(1) productos de adición de 2 a 30 moles de óxido de etileno y/o 0 a 5 moles de óxido de propileno a alcoholes grasos lineales con de 8 a 22 átomos de carbono, a ácidos grasos con de 12 a 22 átomos de carbono y a alquilfenoles con de 8 a 15 átomos de carbono en el grupo alquílico;

- 15 (2) mono- y diésteres de ácido graso C<sub>12/18</sub>- de productos de adición con de 1 a 30 moles de óxido de etileno a glicerina;

(3) mono- y diésteres de glicerina y sorbitán de ácidos grasos saturados e insaturados con de 6 a 22 átomos de carbono y sus productos de adición de óxido de etileno;

(4) mono- y oligoglicósidos alquílicos con de 8 a 22 átomos de carbono en el radical alquílico y sus análogos etoxilados;

- 20 (5) productos de adición de 15 a 60 moles de óxido de etileno a aceite de ricino y/o aceite de ricino endurecido; como por ejemplo, los productos comercializados con los nombres comerciales Cremofor (BASF AG).

(6) ésteres de polioliol y particularmente de poliglicerina, como por ejemplo, poliricinoleato, poli-12-hidroxiestearato o dimerato de poliglicerina. Son asimismo apropiadas las mezclas de compuestos de varias de estas clases de sustancias;

- 25 (7) productos de adición de 2 a 15 moles de óxido de etileno a aceite de ricino y/o aceite de ricino endurecido;

(8) ésteres parciales a base de ácidos grasos C<sub>6/22</sub> lineales, ramificados, insaturados y/o saturados, ácido ricinoleico así como ácido 12-hidroxiesteárico y glicerina, poliglicerina, pentaeritrita, dipentaeritrita, alcoholes sacáridos (por ejemplo, sorbita), alquilglucósidos (por ejemplo, metilglucósido, butilglucósido, laurilglucósido) así como poliglucósidos (por ejemplo, celulosa);

(9) mono-, di- y trialkilfosfatos así como mono-, di- y/o tri-PEG-alkilfosfatos y sus sales;

(10) alcoholes de lanolina;

(11) copolímeros de polisiloxano-polialquil-poliéter y/o derivados correspondientes;

5 (12) ésteres mixtos de pentaeritrita, ácidos grasos, ácido cítrico y alcohol graso conforme a la DE-PS 1165574 y/o ésteres mixtos de ácidos grasos con de 6 a 22 átomos de carbono, metilglicosas y polioles, preferentemente glicerina o poliglicerina, así como

(13) polialquilenglicoles

10 Los productos de adición de óxido de etileno y/o de óxido de propileno a alcoholes grasos, ácidos grasos, alquifenoles, mono- y diésteres de glicerina y sorbitán de ácidos grasos o a aceite de ricino suponen productos comerciales conocidos. Se trata además de mezclas de homólogos, cuyo grado de alcoxilación medio corresponde a la relación de las concentraciones de óxido de etileno y/o óxido de propileno y sustrato, con las que se realiza la reacción de adición. Los mono- y diésteres de ácido graso  $C_{12/18}$  de productos de adición de óxido de etileno a glicerina se conocen gracias a la DE-PS 2024051 como agentes re-engrasantes para preparaciones cosméticas. Los  $C_{8/18}$ -alquil mono y oligoglicósidos, su elaboración y su empleo se conocen gracias al estado actual de la técnica. Su   
15 elaboración se lleva a cabo particularmente mediante reacción de glucosa o oligosacáridos con alcoholes primarios con de 8 a 18 átomos de carbono. Respecto al éster glicosídico hace falta que resulten apropiados tanto los monoglicósidos, en los que hay un radical azúcar cíclico combinado glicosídicamente con el alcohol graso, como también los glicósidos oligoméricos con un grado de oligomerización de hasta preferentemente aproximadamente 8. El grado de oligomerización es además un valor medio estadístico, en el que se basa una distribución de homólogos   
20 habitual para estos productos industriales.

Además, como emulgentes se pueden usar tensoactivos anfóteros. Se designan como tensoactivos anfóteros aquellos compuestos de superficie activa, que portan en la molécula por lo menos un grupo amonio cuaternario y por lo menos un grupo carboxilato y uno sulfonato. Son tensoactivos anfóteros especialmente apropiados las llamadas   
25 betaínas como los glicinatos de N-alkil-N,N-dimetilamonio, por ejemplo, el glicinato de cocoalquildimetilamonio, glicinatos de N-acilaminopropil-N,N-dimetilamonio, por ejemplo, el glicinato de cocoacilaminopropildimetilamonio, y 2-alkil-3-carboxilmetil-3-hidroxiethylimidazolina con, en cada caso, de 8 a 18 átomos de carbono en el grupo alquílico o acílico, así como el glicinato de cocoacilaminoethylhidroxiethylcarboximetil. Se prefiere especialmente el derivado de amida de ácido graso conocido bajo la denominación CTFA- cocoamidopropil-botaina. Emulgentes asimismo apropiados son los tensoactivos anfólicos. Por tensoactivos anfólicos se entienden aquellos compuestos de   
30 superficie activa, que, además de un grupo  $C_{8/18}$ -alquílico o acílico, contengan en la molécula al menos un grupo amino libre y por lo menos un grupo COOH o  $SO_3H$  y sean aptos para la formación de sales internas. Ejemplos de tensoactivos anfólicos apropiados son N-alkilglicinas, ácidos N-alkilpropiónicos, N-alkilaminobutíricos ácidos, ácidos N-alkiliminodipropiónicos, N-hidroxiethyl-N-alkilamidopropilglicinas, N-alkilaurinas, N-alkilsarcosinas, ácidos 2-alkilaminopropiónicos y ácidos alquilaminoacéticos con, en cada caso, de aproximadamente 8 a 18   
35 átomos de carbono en el grupo alquílico.

Tensoactivos anfólicos especialmente preferentes son el N-cocoalquilaminopropionato, el cocoacilaminoethylaminopropionato y la  $C_{12/18}$ -acilsarcosina. Además de los anfólicos, también entran en consideración los emulgentes cuaternarios, prefiriéndose especialmente aquellos del tipo de los esterquats, preferentemente las sales metilcuaternizadas de éster de trietanolamina de diácido graso.

40 Como emulgentes pueden utilizarse además los glicerofosfolípidos y gliceroglicolípidos. Se prefieren aquí los glicerofosfolípidos como la lecitina (fosfatidilcolina), cardiolipina, fosfatidilglicerina, fosfatidilserina y alquilalilglicerofosfolípidos como el plasmálogo

Una composición de todos los emulgentes, particularmente apropiados para aplicaciones cosméticas, se encuentra   
45 en Handbook of Cosmetic Ingredients de la CTFA (Cosmetic, Toiletry and Fragrance Association) y "Emulsifiers" y/o en el banco de datos online de la CTFA ([www.ctfa.org](http://www.ctfa.org)).

Son particularmente apropiados los diacilglicéridos conocidos como emulgentes alimentarios, así como sus mezclas como por ejemplo, los emulgentes alimentarios E 472a, E 472b, E 472 e o E 442. Son además apropiados todos los emulgentes citados en "emulgentes para la alimentación" hrsg.G.Schuster, Springer Editorial 1985 en las pág.55 a 190. De estos son especialmente apropiados los emulgentes indicados en la Tabla 1 (pág.57-60).

50 Se prefieren los emulgentes con el nº EWG E 322 lecitinas, E432 monolaurato de polioxietileno(20) sorbitán, E433 monooleato de polioxietileno(20) sorbitán, E434 monopalmitato de polioxietileno (20)sorbitán, E435 monoestearato de polioxietileno(20)sorbitán, E436 monotriestearato de polioxietileno(20) sorbitán, E 470, E 471 mono y diglicéridos de ácidos grasos, E 472a, E 472b, E 472c, E472d, E 472e, E 473 ésteres de sucrosa de ácidos grasos, E 474, E

## ES 2 397 805 T3

475, E476, E 477, E 481, E 482 2-lactilato cálcico de estearilo, E 483 tartrato esteárico, así como E 493, E 494, E 495, E491, E492 y E 498.

La siguiente Tabla recopila emulgentes especialmente apropiados

Emulgente Nombre Comercial [Fabricante]	Caracterización
metarin FM [Degussa]	lecitina de soja mezcla de triglicéridos apolares y fosfo- y glicolípidos polares - aceite vegetal, emulgente E 322
Cremofor WO 7 [BASF]	aceite de ricino hidratado, etoxilado nº CAS: 61788-85-0 denominación INCI: PEG-7 Hydrogenated Castor Oil
Cremofor CO 40 [BASF]	aceite de ricino hidratado, etoxilado nº CAS: 61788-85-0 denominación INCI: PEG-40 Hydrogenated Castor Oil
Imwitor 600 [Condea Chemie]	poliricinoleato de poliglicerina- (PGPR) emulgente E 476
Grinsted PGPR 90 [Danisco]	poliricinoleato de poliglicerina- (PGPR) emulgente E 476
Emulan A [BASF AG]	ácido oleico etoxilado nº CAS.9004-96-0
Cremofor GO 32 [BASF Corp.]	3-oleato de poliglicerilo nº CAS.9007-48-1 (Genérica) 33940-98-6
Cremofor GS 32 [BASF Corp.]	3-diestearato de poliglicerilo- nº CAS.9009-32-9 (Genérica) 94423-19-5
Lutensol TO 8 [BASF AG]	Etoxilatos de C <sub>13</sub> -oxoalcohol nº CAS.69011-36-5
Plantacare E 6000	Glucósidos caprílico/cáprico
[Cognis)	
Pluronic™PE [BASF AG]	polímeros en bloque PO/EO

- 5 Se prefieren especialmente los productos de adición de 2 a 30 moles de óxido de etileno y/o 0 a 5 moles de óxido de propileno a alcoholes grasos lineales con 8 a 22 átomos de carbono, a ácidos grasos con 12 a 22 átomos de carbono y a alquilfenoles con 8 a 15 átomos de carbono en el grupo alquílico.

Se prefieren especialmente los polímeros en bloque EO/PO, como los comercializados, por ejemplo, con los nombres comerciales Pluronic™PE (BASF Aktiengesellschaft).

- 10 Se prefieren especialmente los productos de adición de 2 a 15 moles de óxido de etileno a aceite de ricino y/o aceite de ricino endurecido, como los comercializados, por ejemplo, con los nombres INCI PEG-7 Hydrogenated Castor Oil.

- 15 Se prefieren especialmente los productos de adición de 15 a 60 moles de óxido de etileno a aceite de ricino y/o aceite de ricino endurecido; como por ejemplo, los productos comercializados con los nombres INCI PEG-40 Hydrogenated Castor Oil.

Son especialmente apropiados los ésteres de polioli y particularmente de poliglicerina, como por ejemplo, poliricinoleato de poliglicerina, poli- 12-hidroxiestearato de poliglicerina o dimerato de poliglicerina, como los comercializados con los nombres INCI 3-diestearatos de poliglicerilo o 3 oleatos de poliglicerilo. Son asimismo apropiadas las mezclas de compuestos de varias de estas clases de sustancias.

- 20 En un modo de ejecución preferente de la invención se utilizan como estabilizadores (B) al menos un compuesto de la clase de sustancias de los queladores (b-4) y por lo menos un compuesto de la clase de sustancias de los emulgentes (b-2).



b-3) polisacáridos

En un modo de ejecución preferente se utiliza como estabilizador (B) por lo menos un compuesto seleccionado de la clase de sustancias de los polisacáridos (b-3).

5 Como estabilizadores se emplean preferentemente al menos 2, particularmente por lo menos 3, compuestos seleccionados de la clase de sustancias de los polisacáridos (b-3).

Si se usan polisacáridos como soporte C), como estabilizadores (B) se usarán polisacáridos diferentes de (C).

Polisacáridos (como sinónimo de glicanos) es el término genérico para hidratos de carbono macromoleculares, cuyas moléculas consisten en un gran número (por lo menos >10, preferentemente > 20, particularmente > 50) de moléculas monosacáridas (glicosas) glicosídicamente enlazados.

10 Como polisacáridos han de citarse los homoglicanos almidón, glucógeno, guaraná, amilopectina, así como celulosa, amilosa, dextrano y tunicina (poliglucosanos, glucanos), inulinas como policondensado de la D-fructosa (polifructosa, fructano), quitina, ácido algínico.

Son además apropiados los heteropolisacáridos (heteroglicanos) de unidades monoméricas de diferentes tipos.

15 Son heteroglicanos conocidos las pectinas, mannanas, galactanas, xilanos, entre otros, poliosas, Además: sulfatos de condroitina, heparina, ácido hialurónico, entre otros, glicosaminoglicanos.

Son apropiados, por ejemplo, las maltodextrinas, como las comercializadas con los nombres N-Zorbita M (maltodextrinas de almidón de tapioca, National Starch).

Son además apropiados los derivados del almidón, por ejemplo, como octenilsuccinato de almidón, comercializados con los nombres HI-CAP 100 de National Starch.

20 b-4) queladores

En un modo de ejecución preferente se utiliza como estabilizador (B) por lo menos un compuesto seleccionado de la clase de sustancias de los queladores (b-4).

Como estabilizadores se utilizan preferentemente por lo menos 2, particularmente al menos 3, compuestos seleccionados de la clase de sustancias de los queladores (b-4).

25 Son queladores apropiados, en principio, todos los compuestos permitidos como queladores para productos alimentarios y productos alimentarios animales. Han de citarse ejemplarmente: Las sales de Na, K y Ca del ácido acético, ácido cítrico así como las sales de Na, K y Ca del ácido cítrico, éster monoisopropílico del ácido cítrico, éster de monoglicérido, trietilésteres, así como éster monoesteárico del ácido cítrico, EDTA, sales de Na, K y Ca de EDTA, sales de Na, K y Ca del ácido glucónico, oxiestearina, ácido ortofosfórico así como las sales de Na, K y Ca del ácido ortofosfórico, sal sódica del ácido pirofosfórico, sal sódica del ácido trifosfórico, Sales de Na y Ca del ácido hexametafosfórico, sal cálcica del ácido fitínico, sorbita, ácido tartárico, ácido salicílico, así como la sal sódica del ácido tiosulfúrico.

30 del ácido ortofosfórico, sal sódica del ácido pirofosfórico, sal sódica del ácido trifosfórico, Sales de Na y Ca del ácido hexametafosfórico, sal cálcica del ácido fitínico, sorbita, ácido tartárico, ácido salicílico, así como la sal sódica del ácido tiosulfúrico.

Son particularmente apropiados los ácidos tartárico y salicílico así como el éster monoesteárico del ácido cítrico.

35 Queladores apropiados se describen en Thomas E.Furia, "Sequestrants in Food" CRC Handbook of Food Additives, 2ª edición, Vol.I, CRC Press, Boca Raton, ISBN 0-8493-0542-X, capt. 6, pág.271-280. Son particularmente apropiados los queladores allí indicados en las pág. 275 -277.

En un modo de ejecución preferente de la invención, la razón en peso de estabilizador (B) a componente (A) a adsorber es menor que 10, particularmente menor que 5, particularmente menor que 1, particularmente menor que 0,8, particularmente menor que 0,5, preferentemente menor que 0,3.

40 Si el estabilizador (B) se selecciona del grupo de los glicéridos (b-1) y/o polisacáridos (b-3), se prefiere una razón en peso de estabilizador (B) a componente (A) a adsorber menor que 10, particularmente menor que 5, particularmente menor que 1, particularmente menor que 0,8.

45 Si el estabilizador (B) se selecciona del grupo de los emulgentes (b-2) y/o queladores (b-4), se prefiere una razón en peso de estabilizador (B) a componente (A) a adsorber menor que 0,8, especialmente menor que 0,5, particularmente menor que 0,3, preferentemente menor que 0,1.

Soporte (C)

Como soporte (C) se utiliza ácido silícico. Estos productos se comercializan como, por ejemplo, Sipernat® 22 o Sipernat® 2200 (Degussa); Tixosil® 38 X o Tixosil® 68 (Rhodia) o Zeofree 5170 (Huber).

Se prefieren especialmente los ácidos silícicos hidrófilos.

- 5 Esencial para la invención es el tamaño medio de partícula del soporte (C) de por lo menos 80 µm, preferentemente de al menos 100 µm, preferentemente de por lo menos 200 µm, particularmente al menos 300 µm, preferentemente por lo menos 400 µm.

En un modo de ejecución preferente se utilizan los soportes, cuyo tamaño medio de partícula se encuentre por debajo de 1000 µm, particularmente por debajo de 800 µm

- 10 El tamaño medio de partícula se indica además como valor [D4,3]. puede determinarse en un Mastersizer S del Fabricante Malvern Instruments GmbH, Serial Number 32734-08. Para la descripción de la amplitud de la distribución del tamaño de partícula se determinaron D(v,0.1), D(v,0.5) y D(v,0.9), así como se indica el tamaño medio de partícula de la distribución [D4,3].

- 15 El tamaño medio de partícula [D4,3) se introduce conforme al Mastersizer Reference Handbook, Preliminary Manual capt 2, pag 22-23, Malvern Instruments Ltd al Mastersizer S nº de serie 32734-08, nº de certificado P 1261, Mayo 1995. D[4,3] se determina como "the volume weighted mean diameter".

Los tamaños medios de partícula [D4,3] así determinados alcanzan, por ejemplo, para Sipernat® 22: los 136 µm, Sipernat® 2200: 364 µm, Tixosil® 38 X: 265 µm, Tixosil® 68: 302 µm o Zeofree 5170: 287 µm.

- 20 El soporte (C) puede encontrarse en la formulación conforme a la invención, relativo al peso total del adsorbato, en una proporción de más del 10% en peso, particularmente superior al 20% en peso, preferentemente al 30% en peso. El soporte se encuentra convencionalmente en un rango del 10 a 85 % en peso, preferentemente de aproximadamente el 20 al 85% en peso, relativo al peso total del adsorbato. Estos valores adquiere el adsorbato estabilizado sin recubrir.

Agentes de recubrimiento D)

- 25 En un modo de ejecución preferente de la invención se recubre el adsorbato. Como agentes de recubrimiento apropiados han de citarse:

a) polialquilenglicoles, particularmente polietilenglicoles con un peso molecular medio en número de aproximadamente 400 a 15 000, como por ejemplo, de 400 a 10 000;

- 30 b) polímeros o copolímeros de óxido de polialquileo con un peso molecular medio en número de aproximadamente 4000 a 20 000, particularmente copolímeros en bloque de polioxietileno y polioxipropileno;

c) poliestirols sustituidos, derivados del ácido maleico y copolímeros de estírol-ácido maleico;

d) polivinilpirrolidona con un peso molecular medio en número de aproximadamente 7 000 a 1 000 000;

e) copolímeros de vinilpirrolidona-vinilacetato con un peso molecular medio en número de aproximadamente 30 000 a 100 000;

- 35 f) alcoholes polivinil con un peso molecular medio en número de aproximadamente 10 000 a 200 000, éster vinílico de ácido poliftálico;

g) hidroxipropilmetilcelulosas con un peso molecular medio en número de aproximadamente 6000 a 80 000;

h) polímeros y copolímeros de (met)acrilato alquílico- con un peso molecular medio en número de aproximadamente 100 000 a 1 000 000, particularmente copolímeros de etilacrilato/metilmacrilato y de metacrilato/etilacrilato;

- 40 i) acetato de polivinilos con un peso molecular medio en número de aproximadamente 250 000 a 700 000 opcionalmente estabilizados con polivinilpirrolidona;

j) polialquilenos, particularmente polietilenos;

- k) resina de ácido fenoxiacético-formaldehído;
- l) derivados de la celulosa, como etilcelulosa, etilmetilcelulosa, metilcelulosa, hidroxipropilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, carboximetilcelulosa, ftalato de acetato de celulosa;
- m) glicéridos animales, vegetales o sintéticos;
- 5 n) ceras animales, vegetales o sintéticas o químicamente modificadas como la cera de abejas, de candelilla, de Carnauba, de éster montánico y cera de aceite de germen de arroz, de ballena, de lanolina, de jojoba, de sasol, de Japón o equivalente;
- o) proteínas animales y vegetales como por ejemplo, gelatina, derivados de la gelatina, sustancias sustitutivas de la gelatina, caseína, suero de leche, queratina, proteína de soja; zein y proteína de trigo;
- 10 p) mono- y disacáridos, oligosacáridos, polisacáridos, por ejemplo, almidones, modificados almidones así como pectinas, alginatos, quitosano, carragenina;
- q) aceites vegetales, por ejemplo, los de girasol, cardo, semillas de algodón, soja, germen de maíz, oliva, colza(semillas), lino, oliva, coco, (aceite)aceite de palma kernel y aceite de palma;
- r) aceites sintéticos o semisintéticos, por ejemplo, triglicéridos de cadena media o aceites minerales;
- 15 s) aceites animales como por ejemplo, los de arenque, sardina y ballena;
- t) aceites/glicéridos endurecidos (hidratados o parcialmente hidratados) como por ejemplo, de los antes indicados, particularmente aceite de palma, de semilla de algodón y de soja hidratados;
- u) recubrimientos lacas como por ejemplo, los terpenos, particularmente goma laca, bálsamo Tolú, bálsamo Perú, grasilla, y resinas de silicona;
- 20 v) ácidos grasos, ácidos carboxílicos C<sub>6</sub> a C<sub>24</sub> tanto saturados como también mono- y poliinsaturados;
- w) ácidos silícicos.

Los agentes de recubrimiento citados pueden utilizarse también mezclados entre ellos.

- 25 Como ejemplos de apropiados polialquilenglicoles a) han de mencionarse los: polipropilenglicoles y particularmente los polietilenglicoles de diferente masa molar, como por ejemplo, PEG 4000 o PEG 6000, comercializados por BASF AG con los nombres comerciales Lutrol E 4000 y Lutrol E 6000.

Como ejemplos de los polímeros b) arriba indicados han de mencionarse: los óxidos de polietileno y de polipropileno, los polímeros mixtos de óxido de etileno/ óxido de propileno así como los copolímeros en bloque, constituidos por bloques de óxido de polietileno- y óxido de polipropileno, como por ejemplo. Los polímeros comercializados por BASF AG con el nombre comercial Lutrol F68 y Lutrol F127.

- 30 De los polímeros a) y b) favorablemente se pueden emplear preferentemente disoluciones altamente concentradas de hasta aproximadamente un 50 % en peso, como por ejemplo. De aproximadamente el 30 al 50% en peso, relativo al peso total de la disolución.

- 35 Como ejemplos de los polímeros d) arriba indicados han de mencionarse: polivinilpirrolidona, como la comercializada por ejemplo, por BASF AG con los nombres comerciales Kollidon o Luviskol. De estos polímeros se pueden emplear favorablemente disoluciones altamente concentradas con una proporción de sólidos de aproximadamente el 30 al 40 % en peso, relativo al peso total de la disolución.

- 40 Como ejemplo de los polímeros e) arriba indicados ha de citarse un copolímero vinilpirrolidona/vinilacetato-, comercializado por BASF AG con el nombre comercial Kollidon VA64 o Kollicoat SR. De estos copolímeros se pueden emplear de modo especialmente favorable disoluciones altamente concentradas de aproximadamente el 30 al 40% en peso, relativo al peso total de la disolución.

Como ejemplo de los polímeros f) arriba indicados e) han de citarse aquellos productos, como los comercializados, por ejemplo, por el fabricante Hoechst con el nombre comercial Mowiol. De estos polímeros se pueden emplear favorablemente disoluciones con una proporción de sólidos en el rango de aproximadamente el 8 al 20 % en peso.

Como ejemplos de apropiados polímeros g) han de mencionarse: hidroxipropilmetilcelulosas, como las comercializadas, por ejemplo, por Shin Etsu con los nombres comerciales Pharmacoat.

5 Como ejemplo de los polímeros h) arriba indicados han de nombrarse: los polímeros y copolímeros de (met)acrilato alquílico, cuyo grupo alquílico tiene de 1 a 4 átomos de carbono. Como ejemplos concretos de copolímeros apropiados han de mencionarse: los copolímeros de etilacrilato/metilmetacrilato, comercializados, por ejemplo, con los nombres comerciales Kollicoat EMM 30D por BASF AG o con los nombres comerciales Eutragit NE 30 D del fabricante Röhm; así como metacrilat/etilacrilat-copolímeros, como por ejemplo, con los nombres comerciales Kollicoat MAE 30DP de BASF AG o con los nombres comerciales Eutragit 30/55 del fabricante Röhm. Estos copolímeros se pueden procesar, por ejemplo, como dispersiones a del 10 al 40% en peso conformes a la invención.

10 Como ejemplo de los polímeros i) arriba indicados han de citarse las dispersiones de: acetato de polivinilo-, estabilizados con polivinilpirrolidona y comercializados, por ejemplo, con el nombre comercial Kollicoat SR 30D por BASF AG (contenido en sólidos de la dispersión de aproximadamente el 20 al 30 % en peso).

15 Las grasas, por ejemplo, aquellas de origen animal, vegetal o sintético; Como ejemplos de grasas animales m) se indican las grasas de cerdo, vacuno y ganso, es apropiado ejemplarmente el sebo vacuno. Un sebo vacuno apropiado lo comercializa el fabricante Cognis con los nombres comerciales Edenor NHIT-G (nº CAS.67701-27-3).

Otros agentes de recubrimiento son la gelatina, por ejemplo, de vacuno, de cerdo, de pescado.

20 Otros agentes de recubrimiento son las ceras, por ejemplo, las ceras vegetales, como por ejemplo, las Candelilla, Carnauba, y de aceite de germen de arroz, de Japón o sustitutivo comercializadas con los nombres comerciales sustitutivo de cera de Japón 2909, refinaria de cera Kahl) etc.; ceras sintéticas, como el cetilpalmitato (comercializado con los nombres comerciales Cutina CP , CAS 95912-87-1 del fabricante Cognis), ceras animales, como por ejemplo, lanolina, cera de abejas, cera de goma laca, ballena así como las ceras químicamente modificadas como las de jojoba, Sasol, de éster montánico.

En principio pueden imaginarse también otros recubrimientos de la disolución: por ejemplo, con azúcar.

25 Entran asimismo en consideración los aceites vegetal q), por ejemplo, de girasol, cardo, semilla de algodón, soja, germen de maíz y de oliva, colza, lino-, coco, de nuez de palma y de palma; Los aceites de palma apropiados los comercializa, por ejemplo, el fabricante Aarhus Oliefabrik con los nombres comerciales Vegeol PR 265. Los aceites de colza (semillas) apropiados los comercializa con los nombres comerciales Vegeol PR 267 el fabricante Aarhus Oliefabrik. El aceite de palma kernel se vende con los nombres comerciales Tefacid Palmic 90 (nº CAS.57-10-3) del fabricante Karlshamns.

30 Entran asimismo en consideración los aceites semisintéticos r), por ejemplo, los triglicéridos de cadena media o los aceites minerales y/o animales s), por ejemplo, de arenque, sardina y ballena.

35 En un modo de ejecución preferente, como agentes de recubrimiento se utilizan aceites vegetales hidratados t), incluyendo los triglicéridos, como por ejemplo, los aceites hidratados de semillas de algodón, maíz, cacahuete, semillas de soja, palma, nuez de palma, Babassu, girasol y azafranillos. Los aceites vegetales hidratados preferidos abarcan los aceites hidratados de palma, aceite de semilla de algodón y aceite de semillas de soja. el aceite vegetal hidratado más preferido es el aceite de semillas de soja hidratado. Otras grasas y ceras procedentes de plantas y animales son asimismo apropiadas.

40 Los aceites vegetales hidratados utilizados preferentemente pueden encontrarse en diversas formas polimórficas, estas son las formas  $\alpha$ -,  $\beta$ - y  $\beta'$ -. En un modo de ejecución especialmente preferente de la presente invención se utilizan aceites vegetales hidratados, principalmente en las formas  $\beta$ - y  $\beta'$ -, particularmente aquellos, que estén principalmente en la forma  $\beta$ -. Con el término "principalmente" ha de entenderse, que por lo menos un 25 %, particularmente al menos un 50 %, preferentemente por lo menos el 75% de los cristales esté en la forma polimórfica preferida.

45 Se prefiere especialmente la aplicación de aceite de semillas de soja hidratado con una proporción de más del 50 %, particularmente superior al 75 %, preferentemente al 90 % de formas  $\beta$  y/o  $\beta'$ .

Para el recubrimiento puede usarse, por ejemplo, un fluido aún atomizable lo más altamente concentrado posible, como por ejemplo una disolución o dispersión acuosa o no acuosa al 50 % en peso de uno o de varios de los materiales de recubrimiento indicados. Asimismo podrían emplearse materiales de recubrimiento en polvo.

50 Los agentes de recubrimiento preferentes abarcan los aceites vegetales hidratados, incluyendo los triglicéridos, como por ejemplo, los aceites hidratados de semillas de algodón, maíz, cacahuete, semillas de soja, palma, nuez de palma, Babassu, girasol y azafranillos. Los aceites vegetales hidratados preferidos abarcan los aceites hidratados

de palma, aceite de semilla de algodón y aceite de semillas de soja. El aceite vegetal hidratado más preferido es el aceite de semillas de soja hidratado. Los aceites vegetales hidratados preferidos abarcan los aceites hidratados de palma, de semilla de algodón y de semillas de soja. El aceite vegetal hidratado por excelencia es el aceite hidratado de semillas de soja. Otras grasas y ceras procedentes de plantas y animales son asimismo apropiadas.

5 Otras sustancias (E)

En otro modo de ejecución de la invención los adsorbatos pueden contener otras sustancias; por ejemplo, han de citarse los antioxidantes, conservantes, ligantes y/o saborizantes.

10 Agentes antioxidantes son, por ejemplo, favorablemente, para proteger de la oxidación de los dobles enlaces de los ácidos grasos. Sin embargo, también se conoce el efecto beneficioso para la salud general de los agentes antioxidantes. Así se utilizan en la alimentación animal como agentes antioxidantes preferentemente etoquinina, ácido ascórbico, t-butilhidroxitoluol, t-butilhidroxianisol, palmitato ascórbico, por otro lado, se emplean también gamma- y alfa-tocoferoles, tocotrienol, extracto de romero, isoflavonas y carotinoides y polifenoles naturales, por ejemplo, los flavonoides.

15 En un modo de ejecución preferente de la invención se utilizan antioxidantes como otras sustancias (E), si como componente (A) a adsorber se emplean compuestos liposolubles. Particularmente si el componente (A) a adsorber es una vitamina liposoluble y/o ácidos grasos insaturados.

En un modo de ejecución preferente de la invención se utilizan antioxidantes como otras sustancias (E), si como estabilizador (B) se emplea un compuesto del grupo de los glicéridos (b-1).

20 La formulación conforme a la invención puede contener del 0,05 al 10% en peso de antioxidantes. Preferentemente contiene del 0,1 al 6% en peso de antioxidantes, relativo al componente (A) a adsorber.

25 La formulación conforme a la invención puede contener también ligantes. Como ejemplos de ligantes apropiados han de mencionarse: las disoluciones de hidratos de carbono, como por ejemplo glucosa, sacarosa, dextrinas y similares, alcoholes sacáridos, como por ejemplo mannita, o disoluciones poliméricas, como por ejemplo, disoluciones de hidroxipropilmetilcelulosa (HPMC), polivinilpirrolidona (PVP), celulosa etoxilada (EC), etilcelulosa o propilcelulosa. La proporción de ligante, relativo al peso seco de la formulación en polvo, puede estar, por ejemplo, en el rango de aproximadamente el 0 al 20 % en peso, como por ejemplo del 1 al 6% en peso, relativo al componente (A) a adsorber dependiendo del tipo y propiedades adhesivas del ligante usado. Para ligarlos puede, en el caso más simple, aplicarse también calor.

Elaboración de los adsorbatos

30 El componente (A) a adsorber se mezcla con un estabilizador (B) y, a continuación, se aplica sobre el soporte (C). Resulta asimismo posible la colocación previa del soporte (C) y la adición de los componentes (A) y (B) premezclados.

Mezclado de (A) y (B)

35 La mezcla de (A) y (B) puede realizarse por métodos corrientes en función del estado físico de (A) y (B). Tanto (A) como (B) pueden ser sólidos o líquidos. Se pueden disolver o dispersar en aceites apropiado o en agua o otros disolventes.

40 En el caso más simple, se lleva a cabo una mezcla de 2 líquidos, aunque es asimismo concebible, que se funda el estabilizador (B), se disuelva en él el componente (A) a adsorber y solidifique la mezcla tras la adsorción sobre el soporte (C) con enfriamiento. Es asimismo concebible la fusión de (A) y (B), por separado o en conjunto, el mezclado homogéneo del fundente, la adición de la mezcla al soporte (C) y la posterior solidificación. Se prefieren especialmente los métodos mixtos, que conduzcan a una distribución uniforme de (A) en (B), para ello sirven los fundentes homogéneos, las disoluciones pero también las dispersiones.

45 El experto conoce los instrumentos necesarios para ello, por ejemplo, aparatos térmicos, provistos preferentemente de instrumentos de mezclado, por ejemplo, mezcladores. El aporte energético necesario puede verificarse, por ejemplo, mediante las paredes térmicas del recipiente, instrumentos térmicos de mezclado y/o aporte energético mecánico

También es posible, calentar un componente ya líquido a tal extremo, que tras la adición del segundo componente aún fundiéndose en la concentración deseada, ambas sustancias se encuentren posteriormente en estado líquido.

Es también concebible dispersar la sustancia aún sólida mediante aporte de energía mecánica, primero en el componente líquido y seguirlos calentando a ambos juntos en los aparatos arriba indicados.

5 Si (B) es sólido con las mas diversas distribuciones del tamaño de partícula o como disoluciones o dispersiones (acuosas), en solitario o con otras sustancias, es favorable añadir (B), con o sin agua, en las concentraciones deseadas a (A) y preparar con ello una dispersión.

Si (B) se encuentra como sólido en polvo, y (A) se encuentra en forma de líquido, es favorable introducir (B) en (A) con agitación y obtener una deseada solidificación, por ejemplo, bajando la emperatura de la mezcla.

10 En otro modo de ejecución, puede dispersarse (A) en un coloide protector acuoso (por ejemplo, gelatina) / fase azucarada con adición de (B) y opcionalmente otras sustancias complementarias. La solidificación puede realizarse aquí de nuevo bajando la emperatura y/o por extracción de agua.

Concebible es además mediante por ejemplo, inserción directa de un tercer componente, por ejemplo, vapor o agua caliente u otros medios, fundir encima (A) o (B) o mezclas de (A) y (B).

La mezcla de (A) y (B) puede verificarse (simultáneamente o después del calentamiento) con cuidado o mediante aporte energético intensivo.

15 En algunos casos se lleva a cabo una mezcla previa suficiente en solitario debido al movimiento molecular y diferencias de densidad tras un tiempo suficientemente largo o por adición lenta o extracción lenta. Si fuera necesario, se aplicaría una agitación intensiva con una geometría optimizada y rápidos elementos de removido o mezclado.

20 En algunos casos, es suficiente un movimiento de rotación o de zarandeo de todo el aparato. En otros casos, el aporte energético necesario para la mezcla se realiza bombeando las sustancias mediante mezcladores estáticos, mezcladores o también otras máquinas de dispersión. El aporte energético puede verificarse también por ejemplo, mediante sonotrodos de ultrasonidos.

#### Elaboración de los adsorbatos: Aplicación de (A) mezclado con (B) sobre (C) en el mezclador

25 Se pueden utilizar mezcladores de operación discontinua o continua. El soporte (C) se precarga opcionalmente junto con las sustancias complementarias. Las rejas, álabes, tornillos sinfín o similares se encargan de un mezclado más o menos intensivo del producto. Ejemplos clásicos son el mezclador con palas, mezclador de tornillo sinfín cónico o aparatos similares.

30 Una descripción de los procedimientos de mezclado y mezcladores se encuentra, por ejemplo, en una publicación industrial de Degussa(-Hüls), TI 1213, "ácidos silícicos como auxiliares de fluencia y como sustancia de soporte - procedimientos de mezclado apropiados para polvos y granulados".

También se pueden emplear diseños muy planos, en forma de caja o de balsa con uno o varios tornillos sinfín. Otros diseños son los mezcladores rápidos, como por ejemplo, el Turbolizer ® Mixer/Coater de Hosokawa Micron B.V.

35 Preferentemente pueden utilizarse mezcladores discontinuos. El material portador se precarga, dado el caso, junto con sustancias las complementarias. Las rejillas, álabes, tornillos sinfín o similares se ocupan de un mezclado más o menos intensivo del producto. Ejemplos clásicos son los mezcladores con palas, mezcladores de tornillo sinfín cónico o similares aparatos. Alternativamente, el mezclado del producto es posible desplazando todo el recipiente. Ejemplos de estos son los mezcladores de torbellino, de tambor o similares. Otra posibilidad consiste en el empleo de mezcladores neumáticos (véase la Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 6ª Edition, Mixing of Solids).

40 La dosificación/adición del componente (A) a adsorber mezclado con el estabilizador (B) en cuestión, se lleva a cabo eventualmente junto con otras sustancias (E) en general mediante dispositivos de goteo o atomizado. Ejemplos de este tipo son varillas, alcachofas de rociado, difusores mono- o multilíquidos, en casos esporádicos dispositivos rotatorios de goteo o atomizado. En el caso más simple es posible la adición también local como haz concentrado. Alternativamente puede precargarse primero en el mezclador el componente (A) a adsorber mezclado con el estabilizador (B), para añadir posteriormente el soporte (C).

45 La adición del componente (A) a adsorber, mezclado con el estabilizador (B), puede realizarse a sobrepresión, presión normal o a baja presión respecto a la presión atmosférica, preferentemente a presión normal y baja.

En casos individuales puede ser favorable precalentar el componente (A) a adsorber (reducción de la viscosidad, variación de las propiedades de rociado), así como aportar o extraer calor a través de la pared del recipiente y/o con

los instrumentos de mezclado. En casos individuales puede ser necesario extraer los vapores de agua o de disolvente.

5 En función del componente (A) a adsorber, el experto selecciona el o los estabilizadores preferentemente de forma que pueda elaborarse una mezcla homogénea de (A) y (B), esta puede estar, por ejemplo, también en forma de dispersión.

La elaboración de los adsorbatos se lleva a cabo generalmente a temperaturas superiores al punto de fusión de la mezcla.

10 (B) se selecciona generalmente de forma que la mezcla de (B) con el componente (A) a adsorber sea, a temperaturas inferiores a los 80 °C, preferentemente a 60 °C, particularmente a 40 °C, compacto y homogéneo. Para el aumento de la carga del soporte (C) y para minimizar las inclusiones de oxígeno puede ser favorable, evacuar el mezclador conteniendo el soporte antes de la adición del principio activo, así como cubrirlo opcionalmente con gas protector. En función del soporte habrá de repetirse esto en múltiples ocasiones.

15 Alternativamente son apropiados los mezcladores continuos. La adición del componente (A) a adsorber mezclado con (B), y las otras sustancias (E) eventuales y el soporte (C) se lleva a cabo además preferentemente en diversos puntos del mezclador.

20 La elaboración de los adsorbatos puede realizarse de manera discontinua o continua en capas fluidizadas. El desplazamiento del soporte (C) se lleva a cabo mediante el gas turbulento, dado el caso, caliente. Como gas turbulento es apropiado el aire o también un gas inerte. En casos individuales es razonable aportar o extraer calor, a través de la pared del recipiente y/o del área de intercambio de calor embebida en la capa fluidizada. Las capas fluidizadas apropiadas, así como el entorno necesario son conocidos en el estado actual de la técnica.

La dosificación discontinua o continua y, dado el caso, el precalentamiento del componente (A) a adsorber mezclado con (B), se verifica con los dispositivos antes descritos, conocidos por el experto.

La elaboración de los adsorbatos puede realizarse en casos individuales favorablemente combinando mezclador y capa fluidizada.

25 Si los adsorbatos contienen otras sustancias (E), estas se pueden añadir junto al componente (A) y/o mezclarse con el soporte (C).

En casos individuales puede ser favorable añadir en la elaboración los adsorbatos al mezclador o añadir directamente después/antes agentes de espolvoreado como talco, silicatos o similares para evitar el pegado.

30 Se prefiere especialmente fijar la mezcla de (A) y (B) por ejemplo, bajando la temperatura en o parcialmente sobre (C). Resulta ventajoso, seleccionando las temperaturas apropiadas, reducir la viscosidad de la mezcla de (A) y (B) hasta que se verifique una carga suficientemente rápida y suficientemente completa del soporte (C). Especialmente favorable es este procedimiento, si (B) contiene al menos un compuesto de (b-1) y por lo menos un compuesto de (b-2).

35 El calentamiento de la mezcla de (A) y (B) puede realizarse, por ejemplo, en recipientes o aparatos conectados en serie separados o tubos térmicos. Los soportes (C) pueden añadirse, si fuera necesario, asimismo precalentados. El calentamiento de la mezcla de (A) y (B), así como de (C), puede efectuarse conjuntamente o por separado también en el propio mezclador. El calentamiento puede realizarse mediante intercambio de calor a través de la pared del recipiente u elementos de mezclado calientes o aportando energía mecánica de agitación o mezclado.

40 El enfriamiento de la mezcla puede verificarse, por otra parte, en el propio mezclador mediante intercambio de calor a través de la pared del recipiente u elementos de mezclado enfriables o, en casos esporádicos mediante aprovechamiento de enfriamiento por vaporización y/o evaporación. También es claramente posible un enfriamiento en aparatos conectados aguas abajo o, en el caso más simple, por intercambio de calor con el entorno en depósito.

45 Si como estabilizadores (B) se emplean compuestos de la clase de sustancias de los emulgentes (b-2), se ha mostrado favorable para la elaboración de la mezcla de (A) y (b-2), así como eventualmente otros estabilizadores, aplicar el siguiente procedimiento:

(a) elaboración de una mezcla de emulgente (b-2) y (A) y eventualmente agua y adición de esta mezcla al soporte (C) cargado en el mezclador

Mientras sea necesario, se calentarán y enfriarán el componente individual, (A) o mezclas de (A) y (B).

Los procedimientos indicados se han mostrado también como especialmente favorables si el estabilizador (B) se selecciona del grupo de los polisacáridos (b-3).

5 En casos individuales puede ser necesario en la elaboración de los adsorbatos extraer vapores de agua o de disolvente. Esto puede efectuarse en el propio mezclador mediante el correspondiente filtro o en aparatos conectados aguas abajo, como por ejemplo, en otros secadores, mezcladores, agitadores, capas fluidizadas, secadores por atomizado, torres de granulación, etc., preferentemente a baja presión o presión normal.

10 En otro modo de ejecución de la invención, los adsorbatos se recubren tras su elaboración. Este proceso puede llevarse a cabo directamente en el mezclador o en aparatos conectados aguas abajo. Lo cual puede realizarse añadiendo agentes de recubrimiento líquido como los descritos en (D) o añadiendo primero el material de recubrimiento sólido (D), que se funde o ablanda debido a un calentamiento de la pared del aparato o del eje o debido al aporte energético mecánico y recubre al adsorbato.

15 En otro modo de ejecución, se pueden precargar el adsorbato y el material de recubrimiento preferentemente en polvo (D) en el mezclador, eventualmente premezclarse y es tratado de esa manera debido al alto aporte energético mecánico en el mismo o diferentes aparatos (ejemplos son todos los mezcladores ya indicados, pero también los molinos lentos y secadores) para el recubrimiento del adsorbato.

20 En casos individuales puede ser favorable precalentar el adsorbato y/o los agentes de recubrimiento (D) o enfriarlo(s) (modificación de la viscosidad, modificación de las propiedades de rociado, influencia en las propiedades de solidificación) así como aportar o extraer calor a través de la pared del recipiente y/o los instrumentos de mezclado. En casos individuales puede ser necesario extraer los vapores de agua o de disolvente. Una modificación de las propiedades de rociado puede lograrse también añadiendo sustancias de superficie activa.

La aplicación de materiales de recubrimiento sirve para la protección adicional del principio activo, del retardo o aceleración de la liberación de principio activo, del aumento del mecanismo de actuación o la obtención de efectos aditivos.

25 La invención comprende que al aplicarse los agentes de recubrimiento directamente después puedan añadirse agentes de espolvoreado como talco, silicatos o similares para evitar el pegado.

Elaboración de los adsorbatos:

Aplicación de (A) mezclado con (B) sobre (C) en la capa fluidizada

30 En otro modo de ejecución de la invención, la elaboración de los adsorbatos puede realizarse en capas fluidizadas de manera discontinua o continua. El desplazamiento de las partículas se lleva a cabo mediante el gas turbulento eventualmente calentado o enfriado.

Como gas turbulento es apropiado el aire o también un gas inerte (por ejemplo, nitrógeno). En casos individuales es razonable aportar o extraer calor, a través de la pared del recipiente y/o del área de intercambio de calor embebida en la capa fluidizada. Las capas fluidizadas apropiadas, así como el entorno necesario se describen en el estado actual de la técnica.

35 La dosificación discontinua o continua y opcionalmente el precalentamiento de (A), preferentemente de mezclas de (A) y (B) y eventualmente de otras sustancias (E), así como de sustancias complementarias, se lleva a cabo de manera análoga al procedimiento descrito en el mezclado.

40 Por ejemplo, el soporte (C) puede precargarse en un lecho fluidizado. Este se turbuliza y se carga mediante atomizado, goteo, etc., en una disolución o dispersión acuosa o no acuosa o en una fusión de una mezcla de (A) y (B) con éste en la concentración deseada.

45 Son útiles las instalaciones conocidas del estado actual de la técnica, que ayudan a un mezclado selectivo del soporte (C) a cargar. Ejemplos de ello son los cuerpos rotatorios de eliminación, tubos Wurster aunque también geometrías de plato fluidizado fabricadas especiales (inclinación y/o perforación del plato) o la asistencia del desplazamiento selectivo de sólidos mediante difusores razonablemente dispuestos, por ejemplo, tangencialmente, difusores mono-, bi- o multilíquidos.

En otro modo de ejecución de la invención, la elaboración de los adsorbatos conformes a la invención puede realizarse combinando mezclador y capa fluidizada.

Claramente también es posible en capas fluidizadas la aplicación de un posterior recubrimiento.



Adsorbatos y su empleo

5 La invención comprende además aquellos adsorbatos, obtenidos por los procedimientos antes citados. Estos adsorbatos se caracterizan por una alta estabilidad del componente (A) a adsorber y pueden producirse al mismo tiempo simplemente a escala industrial. En consecuencia, se pueden introducir en una multitud de aplicaciones alimentarias industriales, preparaciones cosméticas y preparaciones alimentarias animales. Se pueden emplear particularmente en matrices complejas, como por ejemplo, premezclas de la industria alimentaria animal.

Los adsorbatos conformes a la invención presentan, generalmente sin recubrir, una carga [definida como % en peso de los componente (A) a adsorber, relativo al % en peso de soporte (C)], de 0,01 a 10,0, particularmente 0,1 a 5,0, preferentemente 0,5 a 2,5.

10 Los adsorbatos conformes a la invención presentan, generalmente sin recubrir, una carga total [definida como suma de los % en peso del componente (A) a adsorber y estabilizadores (B), relativo al % en peso de soporte (C)] de 0,02 a 15,0; particularmente 0,05 a 10, particularmente 0,2 a 8,0; preferentemente 0,2 a 5,0, de manera especialmente preferente 0,5 a 2,5.

**EJEMPLOS**

15 Todas las descripciones son en % en peso

Abreviaturas empleadas y productos comerciales

EQ	Etoxiquina
éster metílico de CLA	éster metílico de ácido linólico conjugado
Sipemat 22®	ácido silícico del fabricante Degussa
Tixosil 38 X®	ácido silícico del fabricante Rhodia
N-Zorbit M	Maltodextrina a base de tapioca del fabricante National Starch

**Ejemplo comparativo**

**V 1a: Carga del ácido silícico de soporte con CLA en la capa fluidizada**

20 Para la ejecución del ensayo se dispuso de un lecho fluidizado de laboratorio del fabricante Niro- Aeromatic, tipo MP-1, como recipiente de precarga se usó un cono de plástico con un diámetro de plato de incidencia de 110 mm y un fondo perforado con un 8 % de superficie libre.

25 Como material portador se empleó Tixosil 38 X, un ácido silícico de Rhodia. 323 g de este ácido silícico se calentaron en el vaso de vidrio a 70 °C en el horno de secado y se introdujeron posteriormente como material de precarga en el cono del lecho fluidizado de laboratorio. el ácido silícico cargado en el lecho fluidizado se fluidizó uniformemente con una proporción de aire de 10 a 15 m<sup>3</sup>/h y una temperatura de entrada del aire de 45 a 50 °C. el éster metílico de CLA (396 g) se roció a 1 bar de presión de atomizado mediante aspiración a baja presión en el procedimiento de atomizado por cabeza con un difusor bicomponente de 1,0 mm sobre el ácido silícico cargado. La duración del atomizado alcanzó aprox. 26 min. Se obtuvieron adsorbatos bien fluidos con una pérdida por secado de aproximadamente el 2%.

30 **V 1b: recubrimiento del adsorbato obtenido en V1a**

El adsorbato obtenido de V1a se recubrió en un segundo paso operacional en la misma capa fluidizada de laboratorio con una dispersión acuosa gelatina-azúcar. A continuación se roció glutardialdehído para el encadenamiento.

**Ejemplos comparativos V2a y V2 b. Elaboración de los adsorbatos**

35 **Ejemplo V 2a**

En un mezclador con palas (Loedige tipo M5 GR) se precargaron 802 g de una sustancia portadoras de ácido silícico (Sipernat 22®, Degussa, pérdida por secado 5,6%). Con una agitación a aprox. 200 rpm se roció una mezcla de 810 g de aceite de éster metílico de CLA- y 8,0 g de etoxiquina con una pistola de rociado durante 4 min. A continuación

se agitó adicionalmente otros 5 min a una velocidad de removido de 345 rpm. Se obtuvo un polvo bien fluido, para composición, véase la Tabla.

**Ejemplo V 2b**

5 En el mismo mezclador se elaboró polvo bien fluido, con adición de aceite de éster metílico de CLA sobre un soporte de ácido silícico (Tixosil 38 X®) y por el mismo procedimiento,.

Ejemplo	Carga	Soporte (C) Ácido Silícico	Fórmula en %			
			ácido silícico (A)	éster metílico de CLA	(E) EQ	Humedad residual
V2a	1,07	Sipemat 22	46,7	50,0	0,5	2,8
V2b	1,18	Tixosil 38X	44,1	52,0	0,5	3,4

Retenciones de los adsorbatos en el examen de premezcla (alimentación porcina)

10 Las retenciones se analizaron para las siguientes condiciones de ensayo: temperatura de almacenamiento: 40 °C, humedad relativa del aire: 70 %, lugar de almacenamiento: armario climatizado, medio de empaquetado: vasos de 25 ml de penicilina, pesada abierta: aprox. 25 mg puro éster metílico de CLA y/o éster etílico de CLA Cantidad correspondiente de adsorbato.alimentación porcina (harina): 5 g. Tiempo de análisis para determinación inicial: valor a las 2 y 4 semanas (HPLC, en cada caso, determinación doble).

15 Ejecución: Adsorbatos conteniendo éster metílico de CLA y/o éster etílico de CLA se mezclan con la alimentación porcina y se almacenan a una temperatura de 40 °C y una humedad relativa del 70% durante un período de tiempo de 4 semanas abiertos en un armario climatizado.Tras 2 y/o 4 semanas se determinan las retenciones respecto al respectivo valor inicial.

Evaluación de las muestras (2 semanas a 40 °C/70 % H r.):

Retención > 70 % muy buena; retención del 50-70 % buena, retención del 30-50 % aceptable

20 La retención se define como el contenido en principio activo tras 14 días, en comparación con el contenido de principio activo utilizado.

La estabilidad del éster metílico de CLA (componente (A)) en los adsorbatos elaborados conforme a los ejemplos comparativos V2a y V2b se determinó en el examen de premezcla. el examen de premezcla generó tras 14 días las siguientes retenciones:

ejemplo	retención
V2a	36 %
V2b	33 %

25 **Ejemplos conformes a la invención**

**Ejemplos 1a a 1 g**

**Elaboración de adsorbatos estables con empleo de estabilizadores (B) de la clase de sustancias de los glicéridos (b-1)**

30 Primero se pesaron los glicéridos seleccionados y se calentaron a una temperatura, unos 20 °C por encima de la respectiva temperatura de fusión del glicérido, y se fundieron además por completo.la cantidad deseada de componente (A), aquí aceite de éster metílico de CLA, estabilizado con un 1 % de etoxiquina (componente E), se

## ES 2 397 805 T3

calentó paralelamente a la misma temperatura. Ambos líquidos se mezclaron posteriormente en un vaso de vidrio y se dispersaron con el U-Turrax en dos min a 5000 rpm.

Paralelamente se precargaron en un mezclador con palas (Loedige tipo M5 GR) 640g de Tixosil 38 X® , Rhodia,.

- 5 Con agitación a aprox. 200 rpm se roció a continuación la mezcla de aceite de éster metílico de CLA, etoxiquina y glicérido ya preparada con ayuda de una pistola de rociado. A continuación se agitó ulteriormente otros 5 min a una velocidad de removido de 345 rpm y posteriormente se descargaron los adsorbatos estables obtenidos en una fuente. Se obtuvo, en cada caso, polvo con las siguientes composiciones:

Nr.	Carga / carga completa	(B) glicérido	Fórmula en %			
			(C) ácido silícico Tixosil 38X™	(A) éster metílico de CLA incl.1% en peso EQ (E)	(B) glicérido	Humedad residual
1 a	0,9/1,4	Cutina CP	40,2	37,1	20,1	2,6
1 b	1,2/1,4	Cutina CP	40,2	47,2	10,1	2,5
1 c	0,9/1,4	Precirol ATO 5	40,1	37, 1	20,1	2,7
1 d	1.2/1,4	Precirol ATO 5	40,2	47,3	10,1	2,4
1 e	0,9/1,4	Biogapress	40,1	37,1	20,1	2,7
1 f	1,2/1,4	Biogapress	40,2	47,2	10,1	2,5
1 g	0,9/1,4	Vegeol PR-267	40,2	37,1	20,1	2,6

Retenciones de los adsorbatos conformes a los ejemplos 1a a 1 g en el examen de premezcla

- 10 El examen de premezcla generó tras 14 días las siguientes retenciones:

Ejemplo	Retención
1 a	69 %
1 b	64 %
1 c	61%
1 d	71%
1 e	58 %
1 f	67 %
1 g	61 %

15

20

**Ejemplos 2a y 2b**

**Elaboración de adsorbatos estables con empleo de estabilizadores (B) de la clase de sustancias de los emulgentes (b-2)**

Primero se precargaron en un mezclador con palas (Loedige tipo M5 GR) 640g de Tixosil 38 X®, Rhodia,.

- 5 En el ejemplo 2a se mezcló la cantidad deseada de aceite de éster metílico de CLA (componente A), estabilizada con un 1 % de etoxiquina (componente E), con Cremofor CO 40 (componente b-2) y se predispersó con el U-Turrax durante 30 s a 5000 rpm. Se añadió agua y se emulsionó esta mezcla con el U-Turrax 10 min a 8800 rpm. Esta mezcla se rellenó en una pistola de rociado y se roció con agitación sobre el ácido silícico cargado en el mezclador. Por lo demás, se procedió tal y como se describe en el ejemplo 1.
- 10 En el ejemplo 2b se mezcló la cantidad deseada de aceite de éster metílico de CLA, estabilizada con un 1 % de etoxiquina, con Cremofor CO 40 y se dispersó con el U-Turrax durante dos minutos a 10000 rpm. En ausencia de agua adicional, se roció la mezcla emulgente/CLA/EQ con la pistola de rociado sobre el ácido silícico. Por lo demás, se procedió tal y como se describe en el ejemplo 2a. Se obtuvieron, en cada caso, adsorbatos con las siguientes composiciones:

Ejemplo	Carga/ carga completa	Fórmula en %			
		(C) Tixosil 38X	(A) éster metílico de CLA incl. EQ	(B) Cremofor CO 40	agua
2a	1,19/1,28	40,0	48,4	2,9	8,7
2b	1,33/1,43	40,0	54,1	2,9	3,0

- 15 Retenciones de los adsorbatos de los ejemplos 2a y 2b en el examen de premezcla
- En el examen de premezcla se analizaron los adsorbatos estables antes citados y elaborados en el mezclador Lödige. el examen de premezcla generó tras 14 días las siguientes retenciones:

Ejemplo	Retención
2a	64 %
2b	80 %

**Ejemplo 3 elaboración de adsorbatos estables con empleo de estabilizadores (B) de la clase de sustancias de los polisacáridos (b-3)**

- 25 Primero se precargaron en un mezclador con palas (Loedige tipo M5 GR) 640g de Tixosil 38 X®, Rhodia. Aceite de éster metílico de CLA, estabilizado con un 1 % de etoxiquina, se calentó en el vaso de vidrio a 70 °C y se incorporó la cantidad deseada de NZorbit M. Esta mezcla se rellenó en una pistola de rociado y se roció con agitación sobre el ácido silícico cargado en el mezclador. Por lo demás, se procedió tal y como se describe en el ejemplo 1a.

Se obtuvo polvo con la siguiente composición:

- 30
- 20

Ejemplo	Fórmula En %			
	(C) Tixosil 38X	(A) éster metílico de CLA incl.EQ (E)	(B) N-Zorbit M	agua
3	40,0	48,2	8,8	3,0

5

Retenciones de los adsorbatos conformes al ejemplo 3 en el examen de premezcla (tras 14 días)

Ejemplo	carga/Carga Completa	Retención
3	1,18 / 1,43	67 %

10 **Ejemplos 4a a 4c: elaboración de adsorbatos con empleo de estabilizadores (B) de la clase de sustancias de los queladores (b-4)**

Aceite de éster metílico de CLA, estabilizado con un 1 % de etoxiquina, se mezcló en un primer paso con diversos queladores (b-4). Si fuera necesario se añadiría agua y adicionalmente, como estabilizador, el emulgente (b-1) Cremofor CO 40.

15 Con la ayuda de estas disoluciones y/o dispersiones se elaboraron, de manera análoga a la del ejemplo 1a, de nuevo adsorbatos en el mezclador Lödige con la siguiente composición:

Ejemplo	Fórmula En %			
	(C)Tixosil 38x	(A) Éster Metílico De CLS Incl.EQ (E)	Quelador (B)	Agua
4a	39,9	54,1	2,9 % ácido salicílico	3,1
4b	40,1	54,2	2,9 % citrato esteárico	2,8
4c	40,2	49,4	2,5 % ácido tartárico + 2,5 % Cremofor CO 40	5,4

Retenciones de los adsorbatos 4a a 4b en el examen de premezcla

El examen de premezcla generó tras 14 días las siguientes retenciones:

20

Ejemplo	Carga / Carga Completa	Retención
4a	1,33 / 1,43	70 %
4b	1,32 / 1,42	69 %
4c	1,2 / 1,36	62 %

25

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento para la elaboración de adsorbatos apropiados para la alimentación humana o animal así como aplicaciones cosméticas, en el que se aplica un componente (A) a adsorber, sobre un soporte (C) utilizando por lo menos un estabilizador (B), asciendo el tamaño medio de partícula del soporte (C) a por lo menos 80 µm,

5 seleccionándose el estabilizador (B) del grupo compuesto por glicéridos (b-1),

emulgentes (b-2) seleccionados entre

los tensoactivos no-ionogénicos de por lo menos uno de los siguientes grupos

10 (1) Productos de adición de 2 a 30 moles de óxido de etileno y/o 0 a 5 moles de óxido de propileno a alcoholes grasos lineales con de 8 a 22 átomos de carbono, a ácidos grasos con de 12 a 22 átomos de carbono y a alquilfenoles con de 8 a 15 átomos de carbono en el grupo alquílico;

(2) Mono- y diésteres de ácido graso C<sub>12/18</sub>- de productos de adición con de 1 a 30 moles de óxido de etileno a glicerina;

(3) Mono- y diésteres de glicerina y sorbitán de ácidos grasos saturados e insaturados con de 6 a 22 átomos de carbono y sus productos de adición de óxido de etileno;

15 (4) Mono- y oligoglicósidos alquílicos con de 8 a 22 átomos de carbono en el radical alquílico y sus análogos etoxilados;

(5) Productos de adición de 15 a 60 moles de óxido de etileno a aceite de ricino y/o aceite de ricino endurecido;

(6) Ésteres de poliol y de poliglicerina,

20 (7) Productos de adición de 2 a 15 moles de óxido de etileno a aceite de ricino y/o aceite de ricino endurecido;

25 (8) Ésteres parciales a base de ácidos grasos C<sub>6/22</sub> lineales, ramificados, insaturados y/o saturados, ácido ricinoleico así como ácido 12-hidroxiesteárico y glicerina, poliglicerina, pentaeritrita, dipentaeritrita, alcoholes sacáridos (por ejemplo, sorbita), alquilglucósidos y poliglucósidos,

(9) Mono-, di- y trialquilfosfatos así como mono-, di- y/o tri-PEG-alquilfosfatos y sus sales;

(10) Alcoholes de lanolina;

(11) Copolímeros de polisiloxano-polialquil-poliéter y/o derivados correspondientes;

(12) Ésteres mixtos de ácidos grasos con de 6 a 22 átomos de carbono, metilglicosa y polioles,

30 (13) Polialquilenglicoles,

tensoactivos anfóteros,

tensoactivos anfóliticos,

emulgentes cuaternarios,

glicerofosfolípidos y gliceroglicolípidos,

35 polisacáridos (b-3) y/o

queladores (b-4), y

siendo el soporte (C) ácido silícico, y

mezclándose el componente (A) a adsorber con un estabilizador (B) y aplicándolo, a continuación, sobre un soporte (C), **caracterizado porque**

- 5 los componentes (A) a adsorber son ácidos octadecapoliénicos conjugados, en los que menos del 5% de la proporción de ácido graso son isómeros de los ácidos 11,13- octadecadiénico, 8,10-octadecadiénico-, cis-,cis-octadecadiénico o trans-, trans-octadecadiénico o mezclas de estos isómeros.
2. Procedimiento acorde a la reivindicación 1, caracterizado porque el tamaño medio de partícula del soporte (C) asciende a por lo menos 100 µm, preferentemente a, al menos, 200 µm.
3. Procedimiento conforme a una de las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque la cantidad de soporte (C) es mayor del 10% en peso, relativo al adsorbato.
- 10 4. Procedimiento conforme a una de las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque la relación de estabilizador (B) a componente (A) a adsorber es menor que 10, particularmente menor que 5, particularmente menor que 1, preferentemente menor que 0,8.
- 15 5. Procedimiento conforme a una de las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque como estabilizador (B) se selecciona al menos un compuesto del grupo de los glicéridos (b-1) y por lo menos un compuesto del grupo de los emulgentes (b-2).
6. Procedimiento conforme a una de las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque se recubre el adsorbato.
7. Procedimiento acorde a la reivindicación 6, caracterizado porque el agente de recubrimiento (D) se selecciona del grupo compuesto por
- 20 a) Polialquilenglicoles, particularmente polietilenglicoles con un peso molecular medio en número de aproximadamente 400 a 15000,
- b) Polímeros o -copolímeros de óxido de polialquileo- con un peso molecular medio en número de aproximadamente 4000 a 20000, particularmente copolímeros en bloque de polioxietileno y polioxipropileno;
- c) Poliestirols sustituidos, derivados del ácido maleico y copolímeros de estírol-ácido maleico;
- d) Polivinilpirrolidona con un peso molecular medio en número de aproximadamente 7000 a 1000000;
- 25 e) Copolímeros de vinilpirrolidona/vinilacetato con un peso molecular medio en número de aproximadamente 30 000 a 100 000;
- f) Alcohol polivinílico con un peso molecular medio en número de aproximadamente 10 000 a 200000, éster vinílico de ácido poliftálico;
- g) Hidroxipropilmetilcelulosa con un peso molecular medio en número de aproximadamente 6000 a 80 000;
- 30 h) Polímeros y copolímeros de (met)acrilato alquílico con un peso molecular medio en número de aproximadamente 100 000 a 1 000 000, particularmente copolímeros de etilacrilato/metacrilato metílico y copolímeros de metacrilato/acrilato etílico;
- i) Acetato de polivinilo con un peso molecular medio en número de aproximadamente 250000 a 700000 opcionalmente estabilizado con polivinilpirrolidona;
- 35 j) Polialquilenos, particularmente polietilenos;
- k) Resina de ácido fenoxiacético-formaldehído;
- l) Derivados de la celulosa, como etilcelulosa, etilmetilcelulosa, metilcelulosa, hidroxipropilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, Carboximetilcelulosa, ftalato de acetato de celulosa;
- m) Glicéridos animales, vegetales o sintéticos;

- n) Ceras animales, vegetales o sintéticas o ceras animales o vegetales químicamente modificadas como la cera de abeja, cera Candelilla, cera Carnauba, cera de éster montánico y cera de aceite de germen de arroz, ballena, lanolina, cera de yoyoba, cera de Sasol, cera de Japón o sustitutivo de esta última;
- 5 o) Proteínas animales y vegetales, como por ejemplo, gelatina, sus derivados y sustitutivos, caseína, suero de leche, queratina, proteína de soja; zein y proteína de trigo;
- p) Mono- y disacáridos, oligosacáridos, polisacáridos, por ejemplo, almidones, almidones almidones modificados así como pectinas, alginatos, quitosano, ccarragenina;
- q) Aceites vegetales, por ejemplo, de girasol-, colza, semillas de algodón, soja, germen de maíz-, oliva, de (granos de) colza-, lino-, olivo, coco, (aceite)aceite de palma kernel y aceite de palma;
- 10 r) Aceites sintéticos o semisintéticos, por ejemplo, triglicéridos de cadena media o aceites minerales;
- s) Aceites animales como por ejemplo, los de arenque, sardina y ballena;
- t) Aceites/glicéridos endurecidos (hidratados o parcialmente hidratados) como por ejemplo, de los antes indicados, particularmente aceite de palma, de semilla de algodón y de soja hidratados;
- 15 u) Recubrimientos lacas como por ejemplo, los terpenos, particularmente goma laca, bálsamo Tolú, bálsamo Perú, grasilla, y resinas de silicona;
- v) Ácidos grasos, ácidos carboxílicos C<sub>6</sub> a C<sub>24</sub> tanto saturados como también mono- y poliinsaturados;
- w) Ácidos silícicos.
- 8.** Procedimiento conforme a una de las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque el adsorbato contiene otras sustancias (E), seleccionadas del grupo compuesto por antioxidantes, conservantes, ligantes y/o saborizantes.
- 20 **9.** Procedimiento acorde a la reivindicación 8, caracterizado porque las demás sustancias (E) se añaden junto con los componente (A).
- 10.** Procedimiento acorde a la reivindicación 8, caracterizado porque las demás sustancias (E) se mezclan con el soporte.
- 11.** Adsorbatos, obtenibles por uno de los procesos citados anteriormente.
- 25 **12.** Empleo de los adsorbatos acordes a la reivindicación 11 en productos alimentarios, en preparaciones cosméticas, en preparaciones de la alimentación animal, particularmente en premezclas.