

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 401 341**

51 Int. Cl.:

**B01J 13/02** (2006.01)

**B01J 13/20** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.01.2006 E 06700558 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.12.2012 EP 1841521**

54 Título: **Procedimiento de encapsulación de compuestos**

30 Prioridad:

**25.01.2005 US 646935 P**

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

**18.04.2013**

73 Titular/es:

**GIVAUDAN SA (100.0%)  
CHEMIN DE LA PARFUMERIE 5  
1214 VERNIER-GENÉVE, CH**

72 Inventor/es:

**WIELAND, ROBERT B. y  
SOPER, JOHN CHRISTIAN**

74 Agente/Representante:

**DURÁN MOYA, Carlos**

**ES 2 401 341 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

Procedimiento de encapsulación de compuestos

5 La presente invención se refiere a un procedimiento de encapsulación de compuestos líquidos que confieren sabor o fragancia.

## ANTECEDENTES

10 La carga de sustancias tales como agentes de sabor o fragancias en microcápsulas es muy conocida en la técnica. En un procedimiento típico, se disponen cápsulas vacías que comprenden una envoltente de hidrogel y un interior aceitoso. Estas cápsulas se cargan con la sustancia deseada mediante inmersión de las mismas en una solución acuosa de la sustancia a ser cargada durante un tiempo suficiente para que tenga lugar la carga. El agua permite el transporte de las sustancias a través del revestimiento de hidrogel que contiene agua al núcleo de aceite por difusión acuosa, de acuerdo con su equilibrio según el coeficiente de repartición.

15 Si bien este proceso ha demostrado ser muy exitoso en general, ha resultado ser problemático para algunos agentes de sabor volátiles y solubles en agua. El coeficiente de repartición de algunos de dichos agentes de sabor es tal que estos materiales tienden a permanecer dentro de la pared en lugar de ser absorbidos en el interior aceitoso. Esto conlleva a una cantidad desproporcionada de sustancia que es atrapada dentro de las paredes, que a su vez conduce a una mayor pérdida de compuestos volátiles después de la recuperación de las cápsulas. Entre los ejemplos de sustancias importantes en el sector de los agentes de sabor que presentan este problema se incluyen ácido butírico, acetaldehído, ácido acético, diacetilo, acetoina y alcohol furfúrico.

## 25 CARACTERÍSTICAS DE LA INVENCION

Se ha descubierto que es posible superar este problema en un grado sustancial. Por lo tanto, la presente invención da a conocer un procedimiento para disponer cápsulas que tienen una envoltente de hidrogel y un interior aceitoso y encapsular una sustancia volátil soluble en agua, que comprende las etapas de

30 (i) disponer cápsulas vacías que tienen una envoltente de hidrogel y un interior aceitoso, y  
 (ii) sumergir dichas cápsulas en una solución acuosa de la sustancia volátil soluble en agua durante un tiempo suficiente para se carguen en la medida deseada con la sustancia volátil soluble en agua; comprendiendo adicionalmente disuelta en la misma hasta el punto de saturación, como mínimo, un material no volátil soluble en agua, que es soluble en la solución acuosa.

## DESCRIPCIÓN DETALLADA

40 Las cápsulas que se pueden utilizar en la presente invención son cualquiera de las cápsulas tienen una envoltente de hidrogel y un núcleo de aceite. Dichas cápsulas son muy conocidas en la técnica y están disponibles comercialmente en forma de cápsulas vacías, listas para ser cargadas. Ejemplos preferentes de cápsulas que se pueden utilizar en el procedimiento de la presente invención son los descritos en las Patentes de Estados Unidos US 6.045.835 y US 6.106.875. La solicitud de Patente internacional WO-A-0 103 825 se refiere a un procedimiento de encapsulación de agentes de sabor.

45 La solución acuosa utilizada para la carga de las cápsulas tiene como disolvente predominante agua, pero también pueden estar presentes otros disolventes miscibles en agua en proporciones menores, típicamente de no más de 10% en peso. Algunos de estos pueden ser codisolventes que ayudan a la disolución de sustancias cuya solubilidad en agua es marginal. Además, las sustancias de por sí pueden ser materiales disueltos en disolventes miscibles en agua y estos disolventes pueden convertirse en parte del disolvente.

50 La sustancia volátil soluble en agua puede ser cualquier sustancia de la que se desee una encapsulación duradera. Dichas sustancias son particularmente difíciles de encapsular, y es una característica de la presente invención que sustancias tales como acetaldehído, por primera vez, pueden ser encapsuladas con éxito de forma estable y duradera. Otras sustancias en el sector de los agentes de sabor, que han sido difíciles de encapsular y que ahora pueden ser encapsuladas con relativa facilidad incluyen ácido butírico, ácido acético, diacetilo, acetoina y alcohol furfúrico.

60 La carga de las cápsulas vacías hasta cualquier grado deseado se lleva a cabo de una manera conocida mediante la mezcla de cápsulas vacías y una solución acuosa de la sustancia que se desea cargar. El tiempo necesario para la carga de las cápsulas variará, dependiendo de la naturaleza de las cápsulas y de la solución acuosa, pero típicamente se encuentra entre 5 minutos y 48 horas, siendo suficiente habitualmente entre 10 minutos y 30 horas para la mayoría de los casos. Para los materiales volátiles para los que el presente procedimiento es particularmente adecuado, los tiempos de carga son en general muy cortos, del orden de minutos en lugar de horas. La mezcla de los componentes puede llevarse a cabo con equipos aceptados en la técnica.

65

5 El agua que contiene la sustancia a ser cargada comprende adicionalmente, como mínimo disuelta en la misma, una sustancia no volátil soluble en agua. Esta sustancia está presente al punto de saturación, lo que quiere decir que esencialmente no se disolverá en el agua a temperatura ambiente una cantidad adicional de esta sustancia no volátil soluble en agua. No es necesaria la saturación completa, por lo que no es necesario tratar de disolver mayor cantidad. Es suficiente añadir la sustancia soluble en agua con agitación hasta que no se disuelva más.

10 Cualquier sustancia no volátil soluble en agua es adecuada para utilizar en la presente invención, con la condición de que no tenga propiedades indeseables. Por ejemplo, debe ser una sustancia cuya presencia no tenga efectos adversos de ningún tipo. Éstos pueden variar de un sistema a otro, pero la persona experta, utilizando los conocimientos ordinarios de la técnica, percibirá fácilmente cuales son en cada caso y los tendrá en cuenta. Por ejemplo, en el caso de introducir agentes de sabor, todos los materiales deben ser de calidad alimentaria.

15 Entre los ejemplos típicos de sustancias no volátiles solubles en agua adecuadas para utilizar en la presente invención se incluyen hidratos de carbono, azúcares, alcoholes de azúcares y materiales derivados de alimentos ricos en materiales solubles en agua, tales como almidón, trigo y otros cereales.

20 En una realización especialmente preferente de la presente invención, el procedimiento comprende una tercera etapa, de adición de un agente secante a las cápsulas después que se ha completado la carga. Por "agente secante" se entiende una sustancia que es capaz de absorber agua, preferentemente en un alto grado. Se cree, sin restringir la presente invención de ningún modo, que el agente secante tiene el efecto de secar las paredes de las cápsulas, como mínimo, parcialmente, lo que las hace menos propensas a permitir que la sustancia encapsulada se escape.

25 En algunos casos, la sustancia no volátil soluble en agua descrita anteriormente también tendrá este efecto secante y, por lo tanto, realizará ambas funciones. La conveniencia de esta tercera etapa varía en dependencia de la naturaleza de la sustancia encapsulada. Como regla general, cuanto menor sea la volatilidad, menor será el efecto que tiene el agente secante sobre la sustancia encapsulada. Por lo tanto, para una máxima durabilidad de cápsulas que contienen, por ejemplo, acetaldehído, la utilización del agente secante es muy deseable, y en algunos casos, incluso, esencial. Naturalmente, los agentes secantes adecuados deben ser materiales de calidad alimentaria. Entre los ejemplos de agentes secantes adecuados se incluyen sal, azúcar, ácido y cereales, tales como el trigo.

30 Agentes secantes especialmente útiles para utilizar en la presente invención son almidones vegetales, especialmente almidón de patata. Dichos almidones se añaden en forma seca a las cápsulas cargadas.

35 Se ha descubierto que la carga de la cápsula realizada según la presente invención es especialmente eficaz con sustancias muy volátiles, que son difíciles de encapsular mediante cualquier otro procedimiento. Se logran fácilmente altos niveles de carga y las cápsulas retienen la sustancia encapsulada en un mayor grado de lo que es habitualmente el caso con dichas cápsulas.

40 La presente invención se ilustra adicionalmente mediante referencia a los siguientes ejemplos, que describen realizaciones y que no se deben interpretar de ninguna manera como limitativos de la presente invención.

### **Ejemplo 1**

45 Preparación de cápsulas que contienen acetaldehído y ensayos comparativos.

50 Se colocaron en un recipiente de mezcla de acero inoxidable (Hobart Mixer Lab Scale) cápsulas reticuladas secas (67,5 g) y 12,5 g de una solución de fructosa al 59,55% en agua (peso/peso) y se agitó durante 15 minutos. Las cápsulas hidratadas se transfirieron a un recipiente de vidrio cerrado y se refrigeraron a 6 grados Celsius durante 1 hora.

55 A continuación, se añadieron 20 g de acetaldehído a las cápsulas hidratadas y se mezcló durante 5 minutos. A continuación, se añadió almidón de patata (100 g) a las cápsulas y la mezcla se mezcló durante 5 minutos. Éstas son las cápsulas A.

Se repitió el procedimiento descrito anteriormente con lotes de cápsulas idénticas, con las siguientes alteraciones:

- 60 (i) sustitución de 12,5 g de agua para la solución de fructosa y omitir la adición de almidón de patata al final. Éstas se designaron cápsulas B.
- (ii) tal como en (i), pero incluyendo la adición de almidón de patata tal como para la preparación de las cápsulas A. Éstas se designaron cápsulas C.
- 65 (iii) tal como para la preparación de las cápsulas A, pero omitiendo el almidón de patata. Éstas se designaron cápsulas D.

## ES 2 401 341 T3

Las diferentes cápsulas se analizaron para determinar la pérdida de acetaldehído mediante cromatografía de gases utilizando un detector de ionización de llama. Los resultados son los siguientes:

<b>Cápsulas</b>	<b>Tiempo</b>	<b>% total de acetaldehído</b>
A	t = 0 horas	14,47%
	t = 50 horas	13,84%
<b>PÉRDIDA TOTAL</b>		<b>0,63%</b>
B	t = 0 horas	20,28%
	t = 50 horas	0,12%
<b>PÉRDIDA TOTAL</b>		<b>20,16%</b>
C	t = 0 horas	14,52%
	t = 50 horas	1,20%
<b>PÉRDIDA TOTAL</b>		<b>13,33%</b>
D	t = 0 horas	20,19%
	t = 50 horas	0,22%
<b>PÉRDIDA TOTAL</b>		<b>19,97%</b>

- 5 Se puede observar fácilmente que las cápsulas preparadas según la presente invención eran apreciablemente mejores en la retención de acetaldehído que las cápsulas preparadas según la técnica anterior.

10 Se entenderá que la realización o realizaciones descritas en el presente documento es/son solamente a modo de ejemplos, y que un experto en la materia puede hacer variaciones y modificaciones sin apartarse del alcance de la presente invención, tal como se define en las reivindicaciones. Se pretende que todas dichas variaciones y modificaciones estén incluidas dentro del alcance de la presente invención, tal como se define en las reivindicaciones. Además, todas las realizaciones descritas no son necesariamente alternativas, ya que se pueden combinar varias realizaciones de la presente invención para proporcionar el resultado deseado.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Procedimiento para la preparación de cápsulas que tienen una envolvente de hidrogel y un interior aceitoso y encapsular una sustancia volátil soluble en agua, que comprende las etapas de
- (i) disponer cápsulas vacías que tienen una envolvente de hidrogel y un interior aceitoso, y
  - (ii) sumergir dichas cápsulas en una solución acuosa de la sustancia volátil soluble en agua durante un tiempo suficiente para se carguen en la medida deseada con la sustancia volátil soluble en agua;
- 10 comprendiendo adicionalmente la disolución acuosa, disuelto en la misma hasta el punto de saturación, como mínimo, un material no volátil soluble en agua.
- 15 2. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que la etapa (ii) es seguida por el tratamiento de las cápsulas cargadas, como mínimo, con un agente secante.
3. Procedimiento, según la reivindicación 2, en el que el agente secante, como mínimo, es un almidón vegetal.
4. Procedimiento, según la reivindicación 3, en el que el agente secante es almidón de patata seco.
- 20 5. Procedimiento, según la reivindicación 1 o la reivindicación 3, en el que la sustancia volátil soluble en agua se selecciona del grupo que comprende ácido butírico, ácido acético, diacetilo, acetoína, acetaldehído y alcohol furfúrico.
- 25 6. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el material no volátil soluble en agua se selecciona del grupo que comprende carbohidratos, azúcares, alcoholes de azúcares y materiales farináceos.
7. Procedimiento, según la reivindicación 5, en el que la sustancia volátil soluble en agua es acetaldehído y el agente secante es almidón de patata seco.

30