(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 484 793**

(51) Int. CI.:

A61K 8/11	(2006.01)	***C11D 1/66***	(2006.01)
A61Q 13/00	(2006.01)	***C11D 3/50***	(2006.01)
A61Q 15/00	(2006.01)	***C11D 17/00***	(2006.01)
A61Q 9/02	(2006.01)	***A23L 1/22***	(2006.01)
A23G 4/06	(2006.01)	***C11D 11/02***	(2006.01)
A23L 1/00	(2006.01)		
A23L 1/035	(2006.01)		
A23L 1/053	(2006.01)		
A61K 8/34	(2006.01)		
A61K 8/73	(2006.01)		

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.01.2006 E 06710713 (6)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.04.2014 EP 1845803**

(54) Título: **Procedimiento de preparación de composiciones secadas por pulverización y sus usos**

(30) Prioridad:

03.02.2005 US 650181 P

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
12.08.2014

(73) Titular/es:

FIRMENICH SA (100.0%)
P.O. BOX 239, 1, ROUTE DES JEUNES
1211 GENEVA 8, CH

(72) Inventor/es:

SUBRAMANIAM, ANANDARAMAN

(74) Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

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 preparación de composiciones secadas por pulverización y sus usos

Campo Técnico

La presente invención se refiere a composiciones en forma encapsulada y a un procedimiento de preparación de dichas composiciones.

Antecedentes

La encapsulación es un proceso mediante el cual uno o más ingredientes activos se recubren con, o se encierran en, otro material o sistema. En las industrias de fragancias y sabores, la encapsulación de ingredientes activos sirve para retener el aroma en un alimento o en un producto de consumo durante su almacenamiento, protege el activo de interacciones no deseadas con los entornos, especialmente en el caso de los alimentos, minimiza las interacciones perfume/perfume o sabor/sabor, protege el activo tanto de reacciones inducidas por la luz como de la oxidación, y proporciona una liberación controlada de la fragancia o el sabor.

En esta industria, los procesos más comunes para fabricar productos encapsulados son el secado por pulverización y, en menor medida, la extrusión y la coacervación.

El secado por pulverización es una operación bien conocida utilizada por la industria del sabor para proporcionar sabores líquidos en forma de polvo seco de libre flujo. Es un proceso económico y eficiente para conseguir este objetivo. El estándar de la industria para la formulación consta de dos componentes principales: 80 partes de ingrediente(s) no aromatizante(s) y 20 partes de sabor, que generalmente es un líquido hidrofóbico a temperatura ambiente. Es costumbre añadir ciertos emulsionantes como parte de la formulación si al ingrediente no aromatizante le faltan propiedades emulsionantes o carece de ellas.

En polvos secados por pulverización, se encierra un ingrediente activo, como un sabor o una fragancia, normalmente hidrofóbico, en forma de gotas de líquido en una matriz solidificada de un vehículo deshidratado, consistente generalmente en carbohidratos, como los almidones, almidones hidrolizados (maltodextrina), almidones modificados químicamente, polímeros emulsionantes (goma arábiga) y, en ciertas instancias, monómeros y dímeros de aldohexosas, o cualquier combinación de los mismos. Las técnicas convencionales de secado por pulverización se encuentran perfectamente documentadas en la técnica anterior. Véase, por ejemplo, *Spray-Drying Handbook* , 4ª ed., K. Masters, (1985) u otros libros de referencia sobre la materia.

El procedimiento de preparación de un polvo secado por pulverización normalmente comprende primero la dispersión de un vehículo en agua, y después la mezcla de esta dispersión con una fragancia o sabor antes de su homogeneización, para formar una emulsión de aceite en agua. A continuación, se seca por pulverización para obtener un producto en polvo.

La presente invención se ocupa principalmente de la preparación de sustancias hidrofóbicas secadas por pulverización, cuya matriz consiste esencialmente en goma arábiga y el contenido del producto en polvo terminado en encapsulamiento hidrofóbico es superior al 25 %, Preferentemente superior al 35 % por peso, considerando el peso del producto terminado. Tales productos secados por pulverización se conocen como productos de “alta fijación”, es decir, polvos en los que el contenido de material hidrofóbico o aceite encapsulado supera el 20-25 % que es habitual en este tipo de tecnología de encapsulación.

La goma arábiga, también conocida como goma de acacia, es un material de encapsulación, para productos secados por pulverización, económico y muy apreciado. Su uso es compatible con los requisitos legales de las certificaciones Kosher and Halal. Es más, el hecho de que ni su sabor ni su aroma son fuertes lo convierte en un vehículo deseable para la encapsulación de una gran variedad de materiales de sabor.

La goma está compuesta por polisacáridos de bajo peso molecular y una pequeña cantidad de glicoproteína rica en hidroxiprolina y minerales. Esta exclusiva composición química da lugar a alguna de sus funcionalidades únicas, que lo hacen deseable para el secado por pulverización. Los polisacáridos de peso molecular relativamente bajo facilitan la preparación de soluciones de goma de baja viscosidad con alto contenido en sólidos. Las glicoproteínas proporcionan las tan útiles propiedades emulsionantes de la goma, que también tiene la capacidad de formar películas continuas, es insípida y muestra una baja higroscopicidad.

Aunque hay abundante literatura en la que se describen los diversos factores que afectan a la eficiencia del secado por pulverización sobre el uso de polímeros de carbohidratos como vehículos, cuando se trata del uso de la goma arábiga como vehículo, sola o en combinación con otros carbohidratos, existe mucha menos información en la técnica anterior

Un reciente estudio realizado por B. F. McNamee et al., J. Agric. Food Chem. 49, 3385-3388, 2001, mostró que la sustitución parcial de la goma arábiga con maltodextrina podía mejorar la retención del sabor aumentando los sólidos suministrados a la secadora. . Y. Watanabe et al., J. Agric. Food Chem. 50, 3984-3987, 2002, describió el

efecto del ascorbato de acilo sobre la oxidación del ácido linoleico en el sistema de secado por pulverización utilizando maltodextrina y goma arábiga como vehículo, y mostró que la sustitución parcial de esta última por la anterior mejoraba la estabilidad oxidativa del polvo. Finalmente, A. C. Bertolini et al., J.Agric. Food Chem. 49, 780-785, 2002, estudió la degradación oxidativa de de los monoterpenos en productos secados por pulverización de goma arábiga. Todos los monoterpenos de uso común probados, como el limoneno, β-mirceno, β-pineno, citral y linalol, se oxidaron rápidamente a 55 ºC, mostrando así la falta de propiedades anti-oxígeno de la película de goma arábiga.

Es sabido también que tienen lugar pérdidas volátiles durante el secado por pulverización y que dichas pérdidas aumentan con el aumento de los niveles fijos. Sin embargo, hay poca literatura sobre el secad por pulverización de alta fijación.

Se conoce el uso de matrices especiales de encapsulación para alcanzar niveles de alta fijación de material hidrofóbico. Las formulaciones con niveles de alta fijación , normalmente por encima del 50 %, pueden secarse por pulverización de forma efectiva con retenciones de aceite superiores al 90 % utilizando almidón modificado (Octenil succinato de almidón – OSS) como vehículo. Eso se ha descrito, por ejemplo, en US 3971852. Esta patente se refiere inicialmente a sistemas de vehículos que emplean un almidón (OSS) de emulsionante en combinación con carbohidratos de bajo peso molecular para lograr la estabilidad oxidativa en el producto terminado. También describe en un ejemplo el uso de goma arábiga en combinación con sorbitol y sulfosuccionato de edi-isooctilo (emulsionante) para obtener un polvo secado por pulverización con un contenido en aceite del 57,2 % (p/p).

Sin embargo, el uso de sulfosuccinato de di-isooctilo (tensioactivo iónico/emulsionante) no siempre es posible para su aplicación en alimentación, por razones normativas.

Tradicionalmente, cuando se utiliza la goma arábiga como vehículo, los niveles fijos de aroma de aceite en tales formulaciones de secado por pulverización no excede del 25 % en peso, con relación al peso del producto secado por pulverización. La razón de tal limitación es la excesiva pérdida de aceite durante el proceso de secado por pulverización cuando el nivel fijo supera el 25 %.

Por ejemplo, los resultados de un reciente estudio realizado por los presentes inventores para la encapsulación de mentol, aceite de menta u otros compuestos con sabor de menta en goma arábiga, indicaron que, a niveles convencionales –o cercanos- de aceite (20 %), la retención del sabor de menta sobre el vehículo de goma arábiga era solo del 89 %, en el mejor de los casos.

La presente invención tiene como objeto proporcionar productos mejorados secados por pulverización con goma arábiga como vehículo. Los productos de la invención llevan material hidrofóbico encapsulado en una cantidad superior al 25% en peso, y de al menos un 35 % en peso, con relación al peso del producto secado por pulverización con un nivel de retención del aceite superior al 90 % y, en la mayoría de los casos, cercado al 100 %.

Sumario de la invención

La presente invención ahora se refiere a un procedimiento de preparación de un polvo secado por pulverización, según la reivindicación. 1. La composición comprende al menos un ingrediente activo dispersado en un vehículo de goma arábiga; este ingrediente activo está presente en una cantidad superior al 30 % en peso, con relación al peso seco de la composición, que además incluye un tensioactivo no iónico.

La composición contiene además un agente ignífugo.

El ingrediente activo es mentol, un sabor o fragancia que contenga mentol o un sabor o fragancia con una tonalidad de menta. Tales composiciones son particularmente ventajosas porque hacen posible añadir a los alimentos y otros productos de consumo propiedades refrescantes y sensoriales, y minimizar los efectos irritantes que pueden asociarse al efecto organoléptico particular del mentol.

La invención también se refiere a productos que comprenden un polvo secado por pulverización obtenido por el procedimiento de la reivindicación 1, y a su uso para dar sabor o para aromatizar productos de consumo como alimentos, bebidas, compuestos farmacéuticos y de cuidado bucal e incluso compuestos perfumantes.

El polvo secado por pulverización preparado de acuerdo con la invención también puede utilizarse de forma beneficiosa como producto intermedio o producto de partida para un procedimiento de doble encapsulación, por ejemplo, como producto sólido susceptible de ser sometido a una encapsulación adicional, como una extrusión en una matriz vítrea para proporcionar un sistema de suministro granular, o a una segunda operación de secado por pulverización en una matriz distinta o similar, y la invención también se refiere al este uso de la composición.

Más objetos, aspectos y ventajas de la invención se harán evidentes a partir de la descripción que se detalla de aquí en adelante

Breve descripción de las figuras

La Figura 1 representa el porcentaje de retención de mentol en productos secados por pulverización basada en goma arábiga y maltodextrina, como una función de la concentración de mentol.

La Figura 2 representa la cantidad de aceite (mentol) que es extraíble con disolventes (aceite no encapsulado, que permanece en la superficie del producto secado por pulverización), como una función de la concentración de mentol.

Descripción detallada de las realizaciones preferidas

La invención se refiere a un procedimiento de preparación de un polvo secado por pulverización, que comprende los siguientes pasos: emulsionar el ingrediente activo en la mezcla de goma arábiga y emulsionante no iónico, homogeneizar la emulsión y secarla por pulverización para formar un producto particulado.

La composición secada por pulverización incluye al menos un ingrediente activo disperso en un vehículo de goma arábiga. Dicho ingrediente activo se encuentra presente en una cantidad superior al 30 % en peso, con relación al peso seco de la composición; esta última comprende, además, un tensioactivo no iónico. La composición secada por pulverización comprende al menos un ingrediente activo disperso en un vehículo de goma arábiga.

De acuerdo con una realización de la invención, el emulsionante es Preferentemente uno apto para uso alimentario, es decir, un éster de ácido tartárico diacetil de mono y diglicéridos (DATEM). Un ejemplo de esto es el producto comercializado bajo la marca Panodan por Danisco A/S Langenbrogade 1, PO Box 17, Copenhagen, DK-1001.

Como se ha señalado anteriormente, la goma arábiga posee muy buenas propiedades emulsionantes, pero una limitada capacidad de emulsión. Por esta razón, funciona extremadamente bien en lo que se refiere a la retención del sabor cuando se utiliza como vehículo en el secado por pulverización. Sin embargo, el rendimiento de tal vehículo puede verse afectado negativamente cuando se añade un emulsionante o tensioactivo como parte de la formulación. Sin embargo, hemos descubierto que la adición de un tensioactivo no iónico no tiene ningún efecto perjudicial sobre el secado por pulverización de hasta un 50 % en peso de sabores de menta en matrices de goma arábiga, lo que es un resultado muy sorprendente.

La composición puede estar en forma de un polvo secado por pulverización, que comprende uno o más ingredientes activos dispersados en un vehículo; dicho vehículo consiste esencialmente en una mezcla de goma arábiga con un tensioactivo no iónico.

El producto secado por pulverización preparado de acuerdo con la invención resultó muy útil para encapsular grandes cantidades de ingredientes líquidos hidrofóbicos, útiles en la industria del perfume y el sabor, para obtener polvos con sabores o fragancias de mentol y menta que contienen hasta un 45 % en peso de mentol, con relación al peso de los productos en polvo. Tales composiciones en polvo con sabor a mentol, aceites de menta u otros sabores a menta tienen particular importancia para su uso en productos de cuidado bucal, como goma de mascar y comprimidos, donde la alta concentración hace que el uso del sabor a menta secado por pulverización resulte particularmente rentable en su aplicación. También son especialmente útiles para aplicaciones perfumadas, como aceites espumosos de afeitado y antitranspirantes.

Las composiciones previenen la pérdida excesiva de aceite durante el proceso de secado por pulverización, hacen posible la obtención de concentraciones en ingredientes activos cercanos al 50 %, con una retención de cerca del 100 % durante los periodos comunes de vida útil, y esto usando vehículos que cumplen los criterios normativos, concretamente los de productos alimentarios.

La composición contiene al menos 0,5 % en peso de emulsionante no iónico y entre 30 % y 50 % en peso de ingrediente activo, con relación al peso de la composición.

Siguiendo una forma de realización aún más ventajosa, las composiciones comprenderán del 2% al 10 % en peso de emulsionante y al menos un 40 % de encapsulado activo; el resto de la composición es goma arábiga.

Después de una mejor forma de realización de la invención, se proporciona una composición secada por pulverización que consiste en un 55 % a 60 % en peso de goma arábiga, 2 % a 5 % de DATEM (ésteres de mono-diglicéridos con ácido diacetil tartárico, por sus siglas en inglés) y el resto mentol o una composición activa de menta, concretamente un sabor a menta.

En las composiciones se puede utilizar cualquier goma arábiga comercialmente disponible, con cualquiera de sus nombres comunes, como goma de Turquía, goma india, acacia de Senegal, goma #414 o goma arábiga. La naturaleza y origen de la goma no es un parámetro esencial de la invención.

La característica esencial de la invención reside en la combinación de la goma arábiga con el emulsionante no iónico, más particularmente un DATEM. Otros emulsionantes no iónicos que han demostrado ser apropiados de acuerdo con la invención incluyen Tween 80 (monooleato de polioxietilensorbitán; comercializado por Uniquema, 3,411 pejerrey Road, Wilmington, DE 19803) y Glycosperse L20-K (monolaurato de polioxietilensorbitán; [comercializado por Lonza Inc., 90 Boroline Road, Allendale, NJ 07401.

Las composiciones son de hecho valiosas para la producción de polvos altamente concentrados, de flujo libre, solubles en sistemas acuosos para liberar el ingrediente activo.

El ingrediente activo dispersado en el vehículo de la composición secada por pulverización de la invención, será Preferentemente un sabor o fragancia hidrófobo o una composición de uso actual.

Los términos ”ingrediente o composición de sabor y fragancia”, tal como se usan en el presente documento, se seleccionan del grupo que consiste en mentol, aceite de menta o un sabor a menta. Como se ha mencionado previamente, una aplicación preferida se refiere a la encapsulación de aceites de menta.

Una ventaja concreta del proceso según la invención radica en el hecho de que las composiciones que comprenden una combinación de goma arábiga con emulsionante no iónico, como se describe aquí, demuestran una retención del ingrediente activo (aceite) que tiene la ventaja de no ser afectado por una variación en el contenido sólido de la emulsión acuosa de partida. Más concretamente, en los procesos clásicos de secado por pulverización, debe equilibrarse una alta velocidad de dilución, útil para proporcionar la monodipersidad del polvo de goma, con el hecho de que cuanto más alta es la tasa de dilución menor será la capacidad de la película del vehículo (tras el secado por pulverización) de retener el aceite activo, concretamente el sabor o la fragancia. Se establece, además, que se espera que un contenido sólido inferior al 10 % en la emulsión acuosa inicial resulte en una retención del ingrediente activo notablemente decreciente tras el secado por pulverización. En el presente caso resultó que, como se muestra en los ejemplos siguientes, la retención del encapsulado hidrófobo activo del producto de la invención no se ve afectada por la tasa de dilución o por el contenido sólido de la emulsión acuosa introducida en el secador por pulverización. En otras palabras, las altas tasas de dilución pueden emplearse para obtener una buena monodispersidad del polvo vehículo sin crear ningún retroceso en la retención del aceite encapsulado, lo que constituye un resultado totalmente inesperado.

El aparato de secado por pulverización utilizado en el proceso de la invención puede ser cualquiera de los que se encuentran disponibles en el Mercado. Algunos ejemplos de estos aparatos son: los secadores Anhydro (origen: Anhydro Corp. de Attleboro Falls, Mass.), el secador Niro (fabricado por Niro Atomizer Ltd., Copenhagen, Denmark), o un aparato Leaflash (origen : CCM Sulzer). Se utiliza Preferentemente un secador por pulverización con una boquilla de presión.

El proceso se describirá de una forma más detallada en el Ejemplo 1. Sin embargo, los parámetros típicos de un proceso de secado por pulverización son bien conocidos en la técnica y una persona experta en la técnica puede ajustarlos fácilmente.

Las partículas de la invención tienen normalmente un tamaña comprendido entre los 50 y los 70 µm y una densidad aparente comprendida entre los 0,4 y 0,6 g/cm^3. Sin embargo, se pueden ajustar la granulometría y la densidad aparente de los polvos secos resultantes seleccionando la boquilla (tamaño/diámetro del orificio) y la presión de atomización, para obtener la fluidez deseada del polvo.

Los polvos secados por pulverización preparados de acuerdo con un proceso de la invención pueden utilizarse como tales en las aplicaciones, por ejemplo, para perfumar o dar sabor a las composiciones en las que la liberación es inducida por contacto con el agua o una fuente de humedad como el sudor, en aplicaciones de perfumería, o la saliva, en el contexto de la ingestión alimentaria o pastillas de goma de mascar. Los productos pueden utilizarse de manera rentable en cualquier aplicación en la que se desee la eventual solubilidad en agua del vehículo, que resulta en la liberación del componente activo.

Una aplicación típica y muy útil es la preparación de pastillas masticables. En dichas aplicaciones en pastillas, en la producción de las mismas, es fundamental una composición de sabor de flujo libre cuando se utilizan máquinas de alta velocidad. Aún así, se sabe que los polvos clásicos de alta fijación tienen a fluir menos libremente que sus homólogos de baja fijación , principalmente debido al aceite no encapsulado (aceite extraíble con disolvente) de la superficie de la partícula. Las formulaciones dan como resultado un bajo aceite extraíble con disolvente y, por tanto, consiguen un productos de muy libre flujo con alta retención de sabor a altos niveles fijos. Esto los hace particularmente valiosos para su uso en máquinas de alta velocidad para embalado de porciones o fabricación de pastillas.

Las composiciones secadas por pulverización obtenidas de acuerdo a la invención, pueden también ser beneficiosas en su uso como materiales de partida para ser sometidos a procesamiento adicional, antes de ser utilizados como sistemas de producción en múltiples aplicaciones.

En concreto, en una realización de la invención, las partículas secadas por pulverización obtenidas por el procedimiento anteriormente descrito, se pueden encapsular adicionalmente en una matriz vítrea extruida que puede formarse a partir de uno o más materiales de carbohidratos o que puede simplemente comprender un plastificante y un agente emulsionante, con el fin de producir una matriz vítrea con una estabilidad térmica mejorada. US 5,087,461, da a conocer un procedimiento de encapsulación de una composición secada por pulverización por medio de extrusión. Este proceso resulta en unas varillas estrechas con un diámetro de entre 0,3 y 3 mm.

Aparte de la extrusión, son posibles otras formaos de procesamiento de la encapsulación, siguiendo el secado por pulverización. El polvo obtenido puede, por ejemplo, someterse a un secundo secado por pulverización, dando así lugar a un producto secado por pulverización en dos etapas. W.J. Coumans, P.J.A.M. Kerkhof y S. Bruin in Drying Technology, Vol. 12 (1 and 2), (1994), describen esta técnica en particular, así como el secado por pulverización en varias etapas en general.

Estos ejemplos no restringen las técnicas de la encapsulación, que pueden utilizarse para el proceso adicional del polvo secado por pulverización obtenido de acuerdo con la presente invención, concretamente con el objetivo de incrementar el tamaño de las partículas, o mejorando una característica particular del polvo, para hacerlo apto para aplicaciones específicas.

Las composiciones obtenidas según la invención pueden contener también ingredientes opcionales además del vehículo de goma arábiga, el emulsionante no iónico y el ingrediente activo hidrófobo. De acuerdo con formas de realización particularmente útiles, contienen también una cantidad eficaz de un agente ignífugo o de supresión de explosión capaces de reducir la violencia de explosión del polvo. El tipo y concentración de tales agentes en composiciones de secado por pulverización se detalla en WO 03/043728 A1 (FIRMENICH). Este documento da a conocer microcápsulas perfumantes o aromatizantes que tienen agentes ignífugos dispersos o absorbidos en un material vehículo polimérico; estos agentes ignífugos son básicamente sales inorgánicas. Se hace especial referencia a las enseñanzas y ejemplos de este documento, porque se relacionan con la citación de los agentes específicos que pueden utilizarse en el contexto de la presente invención, los procesos para su incorporación en las composiciones de la invención y las concentraciones típicas para su uso.

De acuerdo con la invención, se contemplan también otros agentes adecuados como supresores de explosión, aparte de los descritos en WO 03/043728, que posiblemente también tengan propiedades beneficiosas adicionales. Se pueden utilizar, por ejemplo, en cantidades más pequeñas, pueden tener un efecto beneficioso sobre la higroscopicidad de las microcápsulas o incluso ser particularmente adecuados para su uso en aplicaciones alimentarias.

Por ejemplo, se pueden añadir C_1-C_{12}ácidos carboxílicos, sales de C_1-C_{12}ácidos carboxílicos, y mezclas de los mismos directamente a las microcápsulas perfumantes y aromatizantes en una cantidad efectiva para reducir la violencia de las posibles explosiones durante su preparación, particularmente cuando están suspendidas en aire caliente, y durante su almacenamiento.

El término "C_1-C_{12} ácidos carboxílicos" se refiere aquí a los ácidos carboxílicos que contienen de 1 a 12 átomos de carbono, incluyendo el átomo C del grupo carboxilo. Así pues, si se encuentra presente más de un grupo carboxilo en el ácido carboxílico, el carbono de cada grupo carboxílico se contará en el número total de átomos de carbono mencionados.

Los ácidos carboxílicos y/o sus sales, posiblemente usados como supresores de explosión en microcápsulas de la presente invención, pueden ser ácidos carboxílicos y /o sus sales lineales, ramificados, cíclicos y/o aromáticos. Los ácidos carboxílicos pueden ser hidrocarburos saturados o insaturados.

Ejemplo de ácidos carboxílicos ácidos son las lactonas; por ejemplo, el ácido ascórbico es un agente de supresión de explosión preferido. Un ejemplo de ácido carboxílico adecuado es el ácido salicílico.

Los ácidos carboxílicos y/o sus sales se funcionalizan, Preferentemente, como ácidos carboxílicos de hidrocarburos y/o sus sales.

Preferentemente, el ácido carboxílico comprende menos de 7 átomos de carbono, más Preferentemente menos de 5 y más Preferentemente aún menos de 3, enlazados con enlace covalente a 2 átomos de hidrógeno.

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

En una forma de realización de la presente invención, los ácidos carboxílicos y/o sus sales son ácidos carboxílicos de hidrocarburos y/o sus sales hidroxifuncionalizados y/o cetofuncionalizados.

Preferentemente, el ácido carboxílico de la presente invención comprende al menos un grupo hidroxi. Preferentemente, comprende al menos 2 grupos hidroxi.

En otra realización de las microcápsulas de la presente invención, los ácidos carboxílicos y/o sus sales son ácidos dicarboxílicos, tricarboxílicos o multicarboxílicos y/o sus sales. Un ejemplo de ácido multicarboxílico es el ácido cítrico que es ácido tricarboxílico C_6.

Preferentemente, el ácido carboxílico es al menos un ácido dicarboxílico. Más Preferentemente, es al menos un ácido tricarboxílico, lo que significa que porta al menos tres grupos carboxílicos.

Preferentemente, el ácido carboxílico y/o sus sales es un ácido carboxílico C_4-C_8 y /o sus sales.

En una forma de realización preferida de la presente invención, el ácido carboxílico y/o su sal se seleccionan de entre ácidos carboxílicos C_2-C_6 y/o sus sales.

En los modos preferidos de realización de la invención, se selecciona el ácido carboxílico y/o sus al del grupo consistente en ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico, ácido isobutírico, ácido valérico, ácido caproico, ácido cítrico, ácido succínico, ácido hidroxisuccínico , ácido maleico, ácido fumárico, ácido oxálico, ácido glioxílico, ácido adípico, ácido láctico, ácido tartárico, ácido salicílico, ácido ascórbico,las sales de potasio, calcio y/o sodio de cualquiera de los ácidos ya mencionados y la mezcla de cualquiera de ellos.

Preferentemente, las sales de los ácidos carboxílicos son sales de potasio y/o sodio. Más Preferentemente, se utilizará la sal tripotásica o trisódica de un ácido tricarboxílico. Más Preferentemente aún, será la sal tripotásica o trisódica de un ácido tricarboxílico.

Los ácidos y las sales anteriores están comercialmente disponibles. También pueden sintetizarse o extraerse a partir de materiales naturales por procedimientos conocidos *per se*.

Típicamente, las cápsulas comprenderán del 2 al 15 %, más Preferentemente del 2 al 10 % en peso de supresor de explosión, con relación al peso en seco de las microcápsulas.

El supresor de explosión puede añadirse a la emulsión acuosa consistente en el ingrediente perfumante o aromatizante disperso en la goma arábiga y en el emulsionante no iónico. La emulsión obtenida se seca entonces por pulverización para formar el polvo. Esta técnica de encapsulación no requiere una descripción más detallada en el presente documento, ya que se basa en las técnicas convencionales de secado por pulverización, ya mencionadas aquí anteriormente, y que están perfectamente bien documentadas en la técnica anterior [véase, por ejemplo Spray-Drying Handbook, 3 ª ed, K. Masters.; John Wiley (1979)] y se aplican actualmente en la industria alimentaria o en las industrias de aromas y perfumes.

En otra forma de realización, el supresor de explosión, en forma de polvo sólido, simplemente se mezcla con el polvo secado por pulverización, obtenido como se describe anteriormente a partir de la emulsión acuosa del ingrediente o composición acuosa hidrófoba en el vehículo de goma arábiga y el emulsionante no iónico.

Los productos preparados de acuerdo con la invención, concretamente el polvo secado por pulverización como tal, así como las composiciones secadas por pulverización sujetas a una segunda clase de encapsulación, pueden utilizarse beneficiosamente, por ejemplo, como perfumante o aromatizante de composiciones alimentarias en particular.

Por lo tanto, los sistemas de liberación de la invención pueden utilizarse en aplicaciones como goma de mascar o dulces de mascar, pastillas masticables, comida salada o cocción en el campo de los sabores. De forma similar el campo de la perfumería comprende muchas aplicaciones en las que este tipo de sistemas de encapsulación puede ser muy útil, especialmente para los detergentes en forma de tableta, para aceites espumosos de afeitados y para aerosoles, polvos y barras antitranspirantes.

Las concentraciones en las que se pueden incorporar las microcápsulas en los productos de consume de la invención varían en una amplia gama de valores, que dependen de la naturaleza del producto para ser perfumadas o aromatizadas. Las concentraciones típicas, consideradas estrictamente como un ejemplo, están comprendidas en un rango de valores que va desde varias ppm hasta el 5 o 10 % del peso de la composición aromatizante o perfumante o producto de consumo terminado en el que están incluidos.

Los productos de alta fijación preparados de acuerdo con la invención, especialmente aquellos que tienen hasta un 50 % de su peso en ingrediente activo, preparado utilizando goma arábiga en combinación con un tensioactivo/emulsionante no iónico, han mejorado sustancialmente la retención del ingrediente activo, concretamente el sabor, en comparación con sus homólogos preparados utilizando maltodextrinas como vehículos. También producen polvos con un aceite extraíble con disolvente relativamente bajo que muestra una eficiente encapsulación, especialmente a niveles de retención de ingrediente activo, en concreto sabor, superiores al 95 %. Algunas de las formulaciones y los resultados analíticos se muestran a continuación en los Ejemplos.

La invención se describirá ahora de una forma más detallada en los ejemplos siguientes, en los que las temperaturas se indican en grados Celsius y las abreviaciones tienen el significado habitual en la técnica.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos ilustran mejor las realizaciones de la presente invención, y demuestran mejor las ventajas de los dispositivos de la invención en relación con las enseñanzas de la técnica anterior.

Ejemplos 1-9

Preparación de composiciones secadas por pulverización de acuerdo con la invención y comparación con composiciones que contienen maltodextrina

Se prepararon nueve formulaciones en polvo utilizando los materiales, equipo y condiciones generales de procedimiento que se describen a continuación.

.**Materiales:**

Vehículo:	Goma arábiga Maltodextrina Morex 10-18 DE
Emulsionante:	Panodan - FDPK DATEM de origen de aceite de soja Lamegin 39665 DWPs Cognis - DATEM de origen Aceite de girasol Tween 80K Glycosperse L020K (monococoato de sorbitán)
Sabor:	Mentol
Equipo:	Secador por pulverización (tipo caja) con la tasa de evaporación de agua nominal de 60 kg/h Bomba de alta presión homogeneizadora de dos etapas Equipo Clevenger de destilación continua de vapor Cromatógrafo de Gas - Hewlett Packard

TABLA 1

Muestra nº	Ingrediente%					
	Goma arábiga	Maltodextrina	Mentol	DATEM	Tween 80	Glycosperse L20-K
1	58,00	-	40,00	2,00	-	-
2	47,50	-	50,00	2,50	-	-
3	37,00	-	60,00	3,00	-	-
4 *	-	58,00	40,00	2,00	-	-
5 *	-	47,50	50,00	2,50	-	-
6 *	-	37,00	60,00	3,00	-	-
7	58,00	-	40,00	-	2,00	-
8	58,00	-	40,00	-	-	2,00
9	55,00	-	42,00	3,00	-	-
* Muestras de comparación, utilizando maltodextrina como vehículo						

Procedimiento de secado por pulverización:

Las condiciones para el secado por pulverización eran las que se detallan a continuación:

Materia sólida = 40 % (materia no acuosa)

Temperatura de alimentación = 65ºC

Presión de homogeneización = 100 bares

Presión de alimentación = 170 - 200 bares

Temperatura de entrada al secador = 175ºC

Temperatura de salida del secador = 80ºC

Caudal de aire del secador = 30 m^3/minuto

Boquilla de pulverización= 70/216 suministrada por Spraying Systems Inc.

Las muestras se recogieron y analizaron como sigue:

Determinación del aceite total: El aceite total se determinó por destilación continua de vapor, utilizando el equipo Clevenger, utilizando una muestra de 10 g. Se añadió un ml de tolueno al matraz de destilación para evitar la cristalización del mentol en el brazo lateral del equipo. La destilación tuvo lugar durante dos horas. El contenido de aceite se calculó con la siguiente fórmula:

Contenido gravimétrico de aceite = [(ml Aceite-1) x 0,89[a]] / [peso de la muestra en g]

[a] Densidad del mentol

Aceite extraíble con disolvente: Se modificó y utilizó un procedimiento según una norma interna A-GC descrito por A. Scottitantawat et al, en J. Food Sci., Vol 68, No.7, 2003, p. 2256-2261. Se redujo el tiempo de extracción a 10 segundos y se utilizó 2-nonanona como estándar interno.

La Tabla 2 resume los resultados analíticos de las nueve muestras de mentol secado por pulverización preparadas por el procedimiento anterior con los respectivos materiales indicados en la Tabla 1.

TABLA 2

Muestra nº	% Fijo	% Contenido de aceite	% Retención	% Aceite extraíble
1	40,00	40,05	> 100,00	0,75
2	50,00	48,06	96,12	5,52
3	60,00	56,07	93,45	29,40
4 *	40,00	37,38	94,50	3,70
5 *	50,00	35,60	71,20	7,50
6 *	60,00	44,50	74,17	8,20
7	40,00	41,83	> 100,00	0,08
8	40,00	39,60	99,00	0,04
9	42,00	40,50	96,43	-
* Muestras comparativas, utilizando maltodextrina como vehículo				

Los resultados de esta tabla muestran claramente que el sistema de soporte utilizado en el secado por pulverización tiene un impacto significativo en la retención del mentol, así como en el aroma/aceite extraíble por disolvente; la goma arábiga muestra una firme superioridad en comparación con la maltodextrina, tanto en su capacidad de retención del aceite en un amplio rango de concentraciones como en la capacidad de reducción del nivel de aceite extraíble con disolvente en concentraciones de aceite encapsulado por debajo del 50 % en peso Estos efectos se representan gráficamente en las Figuras 1 y 2, respectivamente.

El aceite extraíble con disolventes se considera no encapsulado en polvos secos. Si el mentol extraíble con disolvente se calculara como un porcentaje del mentol total en el polvo, podría sugerir una encapsulación muy alta (>98 %). Sin embargo, con el aumento de los niveles fijos, aumenta dramáticamente la cantidad de aceite extraíble con disolvente cuando el emulsionante se utiliza al 5 % en base al contenido de mentol y la goma arábiga se usa como vehículo.

Cuando se utiliza la maltodextrina como vehículo con el mismo emulsionante, la pérdida de aroma es muy pronunciada cuando el nivel fijo sobrepasa el 40 %, aunque el aumento de aceite extraíble con disolvente no es muy significativo.

Ejemplo 10

Preparación de composiciones secadas por pulverización de acuerdo con la invención, con diferentes contenidos de sólidos

Procediendo como se indica en los ejemplos procedentes, había muestras preparadas de aceites encapsulados de acuerdo con la invención, con la misma composición de peso en seco que la de la muestra 1 de la Tabla 2, variando el porcentaje del peso en sólidos utilizados en el proceso. El resultado de estos ensayos se muestran a continuación.

Muestra	% Aceite extraíble con disolvente	Sólidos (% material no acuosa)	% Retención
A	0,037	20	97,90
B	0,037	30	99,03
C	0,057	50	99,03

Los resultados anteriores muestran que la variación del contenido sólido de la emulsión inicial, en el proceso de la invención, no afecta a la retención del aceite encapsulado.

Ejemplo 11

Preparación de un aceite espumoso de afeitado

Se preparó un aceite espumoso de afeitado, perfumado por medio de cápsulas de goma arábiga encapsulando un perfume, mezclando, de un modo conocido, los siguientes ingredientes:

Ingredientes	% peso
Palmitato de isopropilo	49,00
Trilaureth-4 fosfato	2,00
Sulfato de MIPA-laureth (y) laureth-4 (y) cocamida DEA	42,30
Amidopropil de semillas de girasol	0,50
Bisabolol lactato de dimetilamina	0,50
Cocamida DEA	3,00

KATHON CG (Rohm & Haas)	0,10
Tocoferol (TENOX GT-2, Eastmann)	0,50
Tiodipropionato dilaurilo	0,10
Perfume	1,00
Cápsulas de goma arábiga	1,00

Ejemplo 12

Preparación de un aerosol antitranspirante

Ingredientes	% peso
Ciclometicona	11,75
Miristato de isopropilo	2,20
Sílice	0,25
Hectorita de quartenium-18	0,80
Clorhidrato de aluminio	8,00
Perfume	0,40
Cápsulas de goma arábiga	1,60
Propano / butano 2,5 bar	75,00

Ejemplo13

Preparación de un polvo antitranspirante

Se preparó un polvo antitranspirante, perfumado por medio de cápsulas de goma arábiga encapsulando un perfume, mezclando, de un modo conocido, los siguientes ingredientes:

Ingredientes	% peso
Talco	87,00
Clorhidrato de aluminio	10,00
Perfume	1,0
Cápsulas de goma arábiga	1,0

Ejemplo 14

Preparación de una barra antitranspirante

Se preparó una barra antitranspirante, perfumada por medio de cápsulas de goma arábiga encapsulando un perfume, mezclando, de un modo conocido, los siguientes ingredientes:

Ingredientes	% peso
Ciclometicona	48,50
Alcohol esterarilo	21,00
PPG-14 butil éter	2,00

Aceite de ricino hidrogenado	1,00
Octildodecanol	4,00
Clorhidrato de aluminio	21,00
Perfume	1,00
Cápsulas de goma arábiga	1,50

Ejemplo 15

Preparación de una goma de mascar

Se preparó una goma de mascar, aromatizada por medio de cápsulas de goma arábiga encapsulando un aroma, mezclando, de un modo conocido, los siguientes ingredientes:

Ingredientes	% peso
Azúcar glass	59,35
Goma Base-Base Nova T	19,40
Jarabe de maíz, 42 DE	19,80
Ácido cítrico	0,70
Glicerina	0,50
Cápsulas de goma arábiga	0,25

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de preparación de un polvo secado por pulverización, que comprende las etapas de emulsionar al menos un material de aroma o fragancia en una mezcla de goma arábiga y un emulsionante no iónico, homogeneizar la emulsión y secar por pulverización la emulsión homogeneizada para formar un producto concreto, en el que material de aroma o fragancia se encuentra presente en más del 30 % en peso, con relación al peso en seco del producto y en el que mencionado material de aroma o fragancia se selecciona del grupo que consiste en mentol, aceite de menta o un sabor de menta.

2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el mencionado tensioactivo no iónico es un éster de ácido tartárico diacetil de monoglicéridos o diglicéridos.

3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende de 2 a 15 % en peso de un tensioactivo no iónico seleccionado del grupo que consiste en ésteres de ácido tartárico diacetil de monoglicéridos y diglicéridos, monooleato de polioxietilensorbitán y agentes tensioactivos de tipo monolaurato de polioxietilensorbitán, con relación al peso seco de la composición.

4. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende de 30 a 50 % en peso de dicho aroma o fragancia, con relación al peso en seco de la composición.

5. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, en el que tensioactivo no iónico es un éster de ácido tartárico diacetilo de monoglicéridos o diglicéridos.

6. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, en el que tensioactivo no iónico está presente en una concentración entre 2 y 10 % en peso, con relación al peso seco de la composición.

7. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además un agente de supresión de explosión.

8. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, en el que dicho agente de supresión de explosión se selecciona del grupo que consiste en silicato de sodio, silicato de potasio, carbonato de sodio, hidrogenocarbonato de sodio, fosfato o carbonato monoamónico, fosfato diamónico, fosfato mono-, di-o trisódico, hipofosfito de sodio, cianurato de melamina, hidrocarburos clorados y mezclas de los mismos.

9. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, en el que dicho agente de supresión de explosión se selecciona del grupo que consiste en ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico, ácido isobutírico, ácido valérico, ácido caproico, ácido cítrico, ácido succínico, ácido hidroxisuccínico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido oxálico, ácido glioxílico, ácido adípico, ácido láctico, ácido láctico, ácido tartárico, ácido salicílico, ácido ascórbico, el potasio, el calcio y/o sales de sodio de cualquiera de los ácidos antes mencionados, y mezclas de cualquiera de los mismos .

10. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, que comprende de 5 a 15% en peso de dicho agente de supresión de explosión, con relación al peso seco de la composición.

11. Un producto seleccionado del grupo que consiste en un alimento, una bebida, un suplemento nutritivo, una composición de cuidado bucal, un desodorante, un jabón, una pastilla de detergente y una pastilla o goma de mascar, que comprende un polvo secado por pulverización preparado de acuerdo con la reivindicación 1 en una cantidad suficiente para impartir, mejorar, modificar o potenciar el sabor, olor y/o valor nutricional del mismo.

12. Un procedimiento para aromatizar, perfumar y/o fortificar un producto seleccionado del grupo que consiste en un alimento, una bebida, un suplemento nutritivo, una composición de cuidado bucal, una pastilla o una goma de mascar, un jabón o pastilla de detergente, un desodorante corporal o un aceite espumoso de afeitado, cuyo procedimiento comprende añadir un polvo secado por pulverización preparado de acuerdo con la reivindicación 1, en cantidad suficiente para impartir, mejorar, modificar o potenciar el sabor, olor y/o valor nutricional de dicho producto.

FIGURA 1 – Retención del mentol por goma arábiga y maltodextrina

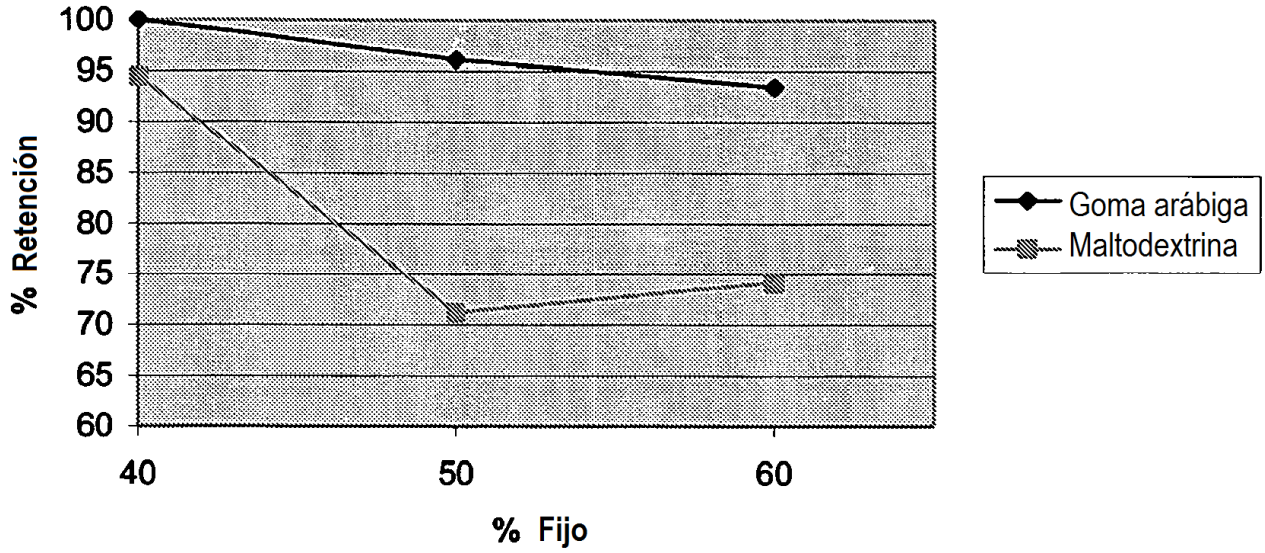
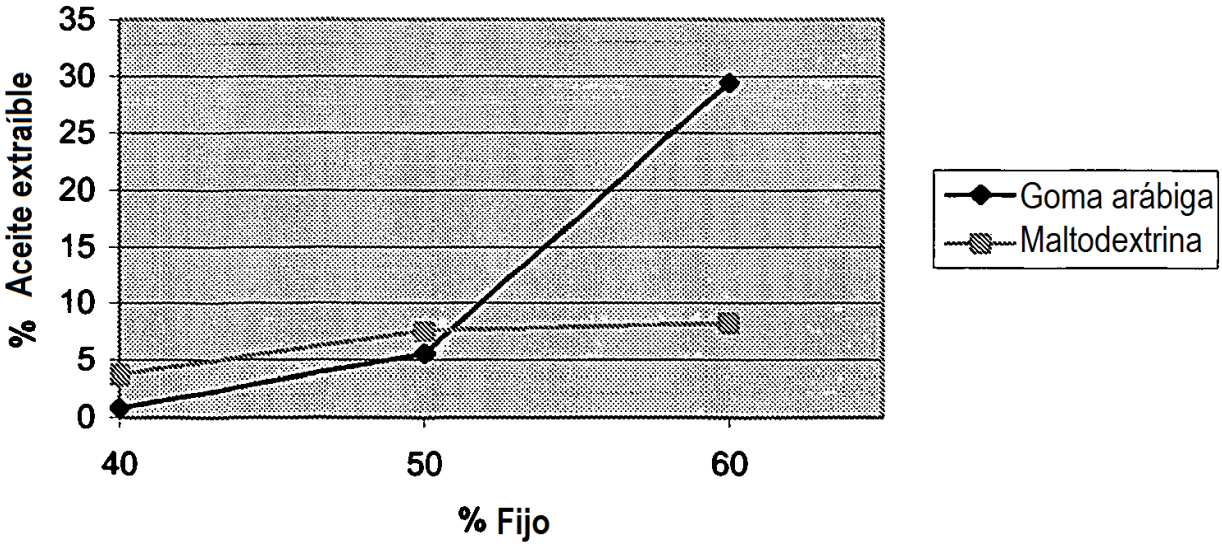
FIGURA 2 – Contenido en aceite extraíble con disolvente