

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 490 791**

51 Int. Cl.:

**A61K 9/14** (2006.01)

**A61K 9/50** (2006.01)

**A23K 1/175** (2006.01)

**A23L 1/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.10.2005 E 05807821 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.05.2014 EP 1799193**

54 Título: **Encapsulado de extractos vegetales hidrófobos adsorbidos y/o absorbidos en sílice precipitada**

30 Prioridad:

**05.10.2004 FR 0410618**

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

**04.09.2014**

73 Titular/es:

**PANCOSMA FRANCE S.A.S. (100.0%)  
2 rue des Frères Lumière, Zone Industrielle  
d'Arlod  
01200 Bellegarde sur Valserine, FR**

72 Inventor/es:

**LOMBARDY ALRIC, MONIQUE;  
CARDOT, JEAN-MICHEL;  
GAUTIER, FRANÇOIS;  
KAMEL, CHRISTOPHER;  
MAZURANOK, LAURENCE y  
MEUNIER, JEAN-PHILIPPE**

74 Agente/Representante:

**DURÁN MOYA, Luis Alfonso**

ES 2 490 791 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**

Encapsulado de extractos vegetales hidrófobos adsorbidos y/o absorbidos en sílice precipitada

5 **SECTOR TÉCNICO DE LA INVENCION**

La presente invención se refiere a extractos vegetales utilizados como aditivos alimentarios en la nutrición animal o medicina veterinaria, para mejorar los rendimientos zootécnicos y/o la salud de los animales.

10 Se utilizan generalmente, o bien extractos vegetales naturales o productos llamados "idénticos a los naturales". Los productos "idénticos a los naturales" se obtienen por síntesis, y presentan una estructura molecular idéntica a la de los extractos naturales.

15 En la descripción de la presente solicitud y en las reivindicaciones, la expresión "extractos vegetales" indicará indiferentemente los extractos vegetales naturales y los productos idénticos a los naturales y la expresión "líquido hidrófobo" indicará un líquido insoluble o poco soluble en el agua, es decir, cuya solubilidad es inferior a diez gramos por litro de agua.

20 Un gran número de estos extractos vegetales procede de la separación de uno o varios componentes líquidos o sólidos procedentes de una materia prima por arrastre con vapor de agua o disolución en un fluido, son aceites esenciales, resinas, oleoresinas, aromas y existen en forma de líquido, incluso en forma pastosa. El carácter frecuentemente lipófilo de estos componentes les hace igualmente insolubles o poco solubles en el agua.

25 Estos extractos vegetales son utilizados en reducidas cantidades y deben ser mezclados a un sustrato alimenticio para la administración animal.

30 Cuando el extracto vegetal adopta forma líquida, es frecuentemente difícil de dispersar de forma homogénea en el sustrato alimenticio. Esta es la razón por la que se prefiere un extracto vegetal en forma de polvo, en el que el extracto vegetal está fijado sobre un sustrato. Sin embargo, su conservación solo puede quedar asegurada durante un periodo de tiempo relativamente corto, puesto que un almacenamiento prolongado, de algunos meses, incluso de algunas semanas, comporta una pérdida de sus propiedades, que están frecuentemente relacionadas a componentes muy volátiles, higroscópicos o sensibles a la oxidación.

35 En los extractos vegetales utilizados, un cierto número de moléculas pueden ser tóxicas o irritantes para el manipulador, pueden presentar al alimento problemas de gusto y olor que disminuyen su apetencia, pueden ser incompatibles con un co-ingrediente utilizado en las premezclas o en el alimento, y pueden ser sensibles a los diferentes procesos de fabricación del alimento, por ejemplo, en caso de granulación mediante vapor o extrusión.

40 Para un cierto número de aplicaciones, la acción de extractos de plantas puede ser optimizada de manera significativa por un sistema de protección que permite direccionar a un sitio de liberación determinado.

45 Por las razones mencionadas, se han desarrollado desde hace muchos años diversas técnicas de encapsulado de extractos vegetales en polvo. De este modo, se han propuesto técnicas de secado por pulverización (spray drying), de refrigeración por pulverización (spray cooling), extrusión, granulación, adsorción y/o absorción sobre soporte (sílice, sal, materiales con doble molturación, carozo de maíz, maltodextrinas) o de recubrimiento por lecho de aire fluidizado.

50 No obstante, el estado de la técnica admitido de modo general, pone en evidencia la dificultad de utilización industrial de la técnica del lecho de aire fluidizado para recubrir un producto pulverulento a base de uno o varios extractos vegetales para la nutrición animal o medicina veterinaria, en especial en el caso de extractos vegetales hidrófobos.

55 En particular, el recubrimiento por la técnica de lecho de aire fluidizado parece inaplicable para proteger extractos vegetales existentes en forma de líquido hidrófobo. En efecto, en este caso, es difícil encontrar un soporte adecuado con la finalidad de fijar el líquido sobre un sólido antes de una etapa de recubrimiento, sin recurrir a una onerosa etapa previa de granulación. La relación de absorción del líquido sobre el sólido sigue siendo, en general, reducida, inferior a 30% en peso, y el soporte utilizado de manera general necesita grosores de recubrimiento demasiado importantes, que hacen el procedimiento inaplicable industrialmente para utilización en nutrición animal o en medicina veterinaria.

60 Estas dificultades han conducido hasta el momento a preferir las técnicas de secado por pulverización, de refrigeración por pulverización, de extrusión, de granulación o de adsorción y/o absorción sobre un soporte. No obstante, el secado por pulverización y la refrigeración por pulverización conducen a la producción de polvos demasiado finos, que no satisfacen las condiciones de seguridad de utilización. La extrusión tampoco permite obtener un material en polvo que presente las propiedades físicas buscadas para asegurar una mezcla homogénea en un sustrato alimenticio.

En estas técnicas, los extractos vegetales en forma líquida son incorporadas en una matriz con la finalidad de facilitar su utilización, pero la protección no es total. No hay, en general, capa de recubrimiento exterior que asegure la protección total del principio activo con respecto al medio circundante. Será difícil, por lo tanto, prever, por ejemplo, la utilización de estas técnicas cuando el objetivo es un control de la administración del principio activo en el tracto digestivo.

El documento WO 2004/073689 A1 describe y reivindica comprimidos o gélulas obtenidas por aglomeración de partículas de sílice que contienen un principio activo hidrófobo en solución en un aceite. Las partículas tienen dimensiones reducidas, comprendidas entre 2  $\mu\text{m}$  y 400  $\mu\text{m}$ , comprendidas preferentemente entre 20  $\mu\text{m}$  y 30  $\mu\text{m}$ , para asegurar una buena aglomeración. Los aglomerados pueden ser formados en un lecho fluidizado, y después eventualmente dotados de recubrimiento. Estos comprimidos aseguran una mejor biodisponibilidad del principio activo administrado por vía oral.

Los documentos US 2003/0003040 A1, WO 99/07237 A y EP 0 345 109 A1 describen técnicas de fabricación de sílices precipitadas que tienen capacidad satisfactoria para absorber composiciones polares.

El documento GB 1 125 882 A describe la utilización de otro sustrato, a saber una pasta de silicato de aluminio y magnesio secada y triturada a continuación, para la realización de medicamentos en forma de gránulos dotados de recubrimiento.

El documento EP 1 132 009 A describe la utilización de otro sustrato, a saber un silicato hidratado de magnesio o de aluminio, pasado por un mezclador para absorber un principio activo procedente de plantas, con la finalidad de realizar un aditivo para alimentación animal.

## MATERIA DE LA INVENCIÓN

El problema que se propone la presente invención es el de idear una nueva estructura de productos pulverulentos a base de uno o varios extractos vegetales para la nutrición animal o medicina veterinaria, permitiendo:

- conservar la integridad del principio o principios activos con respecto al entorno durante un periodo de almacenamiento prolongado,
- proteger el principio o principios activos cuando tiene lugar su incorporación en el alimento,
- proteger el entorno contra la toxicidad potencial del principio o principios activos,
- conservar el sabor y el olor de los alimentos, asegurando su apetencia y evitando conferir a los mismos características irritantes,
- asegurar a los productos pulverulentos una satisfactoria capacidad de flujo, formación muy reducida o nula de polvo, densidad elevada y concentración elevada de principios activos,
- controlar la liberación del principio o principios activos en el tracto digestivo.

La invención se refiere simultáneamente a mejorar la eficacia de los extractos vegetales los animales para mejorar los rendimientos zootécnicos y/o la salud de los animales.

Para conseguir estos objetivos y otros, la invención propone un producto en polvo a base de uno o varios extractos vegetales para la nutrición animal o medicina veterinaria, en el que:

- el extracto o extractos vegetales adoptan forma de líquido hidrófobo,
- el extracto o extractos vegetales son adsorbidos y/o absorbidos en sílice precipitada,
- la sílice precipitada adopta forma de gránulos esféricos no aglomerados,
- los gránulos esféricos de sílice precipitada tienen dimensiones comprendidas entre 90  $\mu\text{m}$  y 500  $\mu\text{m}$  aproximadamente, preferentemente comprendida entre 200  $\mu\text{m}$  y 500  $\mu\text{m}$  aproximadamente, sensiblemente desprovistos de partículas finas, es decir, de partículas que tienen dimensiones inferiores a unos 90  $\mu\text{m}$ ,
- los gránulos esféricos de sílice precipitada que contienen el extracto o extractos vegetales adsorbidos y/o absorbidos son dotados de recubrimiento de una capa de material de recubrimiento protector.
- el extracto o extractos vegetales (1) en forma líquida, se encuentran presentes en la sílice precipitada (2), según una proporción superior a 20% en peso.

La naturaleza y la morfología específica del sustrato utilizado permiten realizar industrialmente y con un coste reducido un recubrimiento protector eficaz y no perturbador, para resolver el problema antes indicado.

Se obtendrán mejores resultados de recubrimiento y de fluidez en el caso de producción industrial utilizando gránulos esféricos de sílice precipitada de dimensiones comprendidas entre 200  $\mu\text{m}$  y 500  $\mu\text{m}$  aproximadamente. Se evitan, en particular, los riesgos de aglomeración en la realización del recubrimiento y los riesgos subsiguientes de defectos en el recubrimiento y de protección. En efecto, algunos aglomerados de partículas esféricas presentan una forma aleatoria no esférica que está menos adaptada a la realización de recubrimiento continuo y

presentan dimensiones aleatorias. Estos aglomerados no son, por lo tanto, capaces de resolver el problema que se encuentra en la base de la invención.

5 Preferentemente, el extracto o extractos vegetales en forma líquida se encuentran presentes en la sílice precipitada de acuerdo con una proporción superior a 20% en peso, preferentemente una proporción superior a 30% en peso. Se mejora de esta manera la calidad y la eficacia del recubrimiento, optimizando al mismo tiempo la eficacia del producto en sí mismo.

10 Se obtienen buenos resultados disponiendo que los gránulos esferoidales de sílice precipitada tengan una densidad de llenado en estado compactado DRT superior a 0,29, una absorción de aceite DOP superior a 100 mililitros/100 gramos, una superficie BET comprendida entre 140 y 240 m<sup>2</sup>/gramo aproximadamente, una superficie específica CTAB comprendida entre 140 y 230 m<sup>2</sup>/gramo aproximadamente, una relación de humedad inferior a 5% en peso, un porcentaje de rechazo en la criba mínimo de 92% en peso para aberturas de malla de 75 µm.

15 Para conseguir una protección eficaz, el material de recubrimiento protector se encuentra presente preferentemente en una proporción aproximada de 10 a 30% en peso del producto pulverulento.

20 Se escogerá el material de recubrimiento protector en función de las aplicaciones previstas. Por ejemplo, el material de recubrimiento protector puede asegurar el enmascarado del sabor o efectos irritantes de los principios activos contenidos en el extracto o extractos vegetales. Según otro ejemplo, el material de recubrimiento protector puede asegurar la estabilidad de los principios activos contenidos en el extracto o extractos vegetales durante un tiempo de almacenamiento y/o durante procedimientos industriales de utilización del producto, especialmente para la fabricación de alimentos.

25 Según una posibilidad ventajosa, el material de recubrimiento protector puede tener la propiedad de disolverse en un medio cuyo pH es superior a un umbral de pH determinado, de manera que sea, por ejemplo, gastrorresistente. De manera más general, el material de recubrimiento protector puede ser escogido de manera que asegure una liberación acelerada, retrasada o direccionada en el tracto digestivo de los principios activos contenidos en los extractos vegetales.

30 Se puede utilizar, por ejemplo, un material de recubrimiento protector escogido entre los agentes de recubrimiento utilizados en los campos farmacéutico o agroalimentario.

35 Se han obtenido buenos resultados utilizando un material de recubrimiento protector a base de hidroxipropilmetilcelulosa acuosa (HPMC).

40 El material de recubrimiento protector podrá ser, por ejemplo a base de goma, o de polisacáridos (almidón, celulosa), o de proteína, o de copolímeros de ácido metacrílico, o de materia grasa, o de una mezcla de estos productos.

Según una posibilidad ventajosa, el material de recubrimiento protector puede tener la propiedad de controlar el lugar de liberación de los principios activos en el curso de la digestión. Se han obtenido buenos resultados para ello utilizando un material de recubrimiento protector a base de una suspensión de etilcelulosa (EC).

45 De forma alternativa, se puede utilizar un material de recubrimiento protector a base de cualquier tipo de material de recubrimiento clásicamente utilizado, tal como: grasa, goma, almidón, proteína...y sus mezclas.

50 Se han obtenido buenos resultados realizando el recubrimiento por una técnica de lecho de aire fluidizado. En este caso, la capa de material de recubrimiento protector presenta las propiedades físico-químicas de una capa realizada por lecho de aire fluidizado: homogeneidad del recubrimiento, y continuidad del mismo.

El extracto o extractos vegetales pueden encontrarse inicialmente en forma de líquido hidrófobo, tal como aceite esencial, oleoresina, goma, resina o aroma.

55 La invención propone igualmente el procedimiento de fabricación de un producto pulverulento, según las características que se indican a continuación, comprendiendo el procedimiento, las siguientes etapas:

60 a) disponer gránulos esferoidales de sílice precipitada de dimensión media comprendida entre 90 µm y 500 µm aproximadamente, preferentemente comprendida entre 200 µm y 500 µm aproximadamente, sensiblemente desprovistos de partículas finas,

b) disponer uno o varios extractos vegetales en forma de líquido hidrófobo,

c) realizar la adsorción y/o la absorción de una cantidad apropiada de líquido hidrófobo en los gránulos esferoidales de sílice precipitada, evitando su aglomeración,

65 d) aplicar sobre los gránulos esferoidales no aglomerados de sílice precipitada, que contienen el líquido hidrófobo, por lo menos una capa de material de recubrimiento protector por pulverización del material líquido de recubrimiento protector (3) sobre los gránulos esferoidales (2) en un lecho fluidizado (6).

La etapa c) de adsorción y/o de absorción puede ser efectuada ventajosamente por pulverización en un lecho de aire fluidizado o en un mezclador.

5 Cuando tiene lugar esa etapa de adsorción y/o de absorción, es ventajoso que el líquido hidrófobo sea adsorbido y/o absorbido en la sílice precipitada, según una cantidad mínima de 20% en peso, preferentemente, como mínimo, 30% en peso. De este modo, se obtiene un material en polvo de densidad suficiente, que entonces es compatible con la técnica posterior de recubrimiento por lecho de aire fluidizado. Esto mejora la calidad y la eficacia del recubrimiento.

10 En la etapa d), el recubrimiento de los gránulos esferoidales se puede realizar ventajosamente por pulverización del material de recubrimiento protector líquido sobre los gránulos esferoidales en un lecho de aire fluidizado.

Cuando tiene lugar esta etapa de recubrimiento, el material de recubrimiento protector líquido puede ser ventajosamente una solución acuosa o una emulsión acuosa, o una grasa (lípidos).

15 Para que la etapa de recubrimiento sea realizada de manera rápida y a coste reducido, es ventajoso que en el caso de un material de recubrimiento protector en solución acuosa o en emulsión acuosa, la concentración en excipiente de recubrimiento sea de 8% a 30% en peso, preferentemente de 10% a 25% en peso.

20 Se puede prever de manera ventajosa, en el material de recubrimiento protector, la presencia de un plastificante en proporción de 5 a 40% en peso de material.

25 La invención prevé igualmente la aplicación de este producto a la nutrición animal, aplicación en la que se introduce una reducida cantidad del producto pulverulento en un sustrato alimenticio. En caso necesario, se mezcla/dispersa para repartir equitativamente el producto pulverulento en el sustrato alimenticio. De esta manera se mejora sensiblemente la eficacia del extracto vegetal sobre el animal.

30 No obstante, se puede aplicar la invención depositando el aditivo sobre el alimento. En este caso, no hay mezcla homogénea.

#### DESCRIPCIÓN RESUMIDA DE LOS DIBUJOS

Otros objetivos, características y ventajas de la presente invención resultarán de la descripción siguiente de formas de realización específicas, en relación con las figuras adjuntas, en las cuales:

- 35 - la figura 1 es una vista en sección diametral que muestra la estructura de un grano de polvo de producto, según una forma de realización de la presente invención;
- la figura 2 muestra las etapas esenciales de fabricación del producto pulverulento, según la invención;
- 40 - las figuras 3 a 5 muestran esquemáticamente tres formas de realización de un lecho de aire fluidizado utilizable, de acuerdo con la invención; y
- la figura 6 es una vista esquemática de una instalación de tratamiento por lecho de aire fluidizado utilizable según la invención.

#### DESCRIPCIÓN DE LAS FORMAS DE REALIZACIÓN PREFERENTES

45 Desde hace varios años, se han puesto en evidencia numerosas propiedades de extractos de plantas para mejorar la salud o los rendimientos zootécnicos de animales. Por ejemplo, se ha podido establecer la acción de extractos de plantas, tales como aceites esenciales sobre las bacterias. Esta acción puede ser bactericida y/o bacterioestática. Se puede citar, por ejemplo, la acción bactericida del carvacrol, que es el principal componente del aceite esencial de orégano.

50 A concentraciones reducidas, estos extractos de plantas han demostrado una acción antioxidante o estimuladora de la actividad de ciertas poblaciones bacterianas específicas. Este fenómeno se ha demostrado en animales de laboratorio por la estimulación de producción de ácido láctico por los lactobacilos en presencia de aceite esencial de orégano.

La siguiente tabla facilita una lista de los efectos de numerosos principios activos extraídos de plantas.

Principios activos	Planta de origen	Propiedades
Fenoles		Antiinfecciosas (espectro amplio; bactericida, virucida, fungicida, parasiticida), inmuno-estimulador, tónico, estimulante general y del sistema nervioso central.
Carvacrol	Orégano	+ espasmolítico, antiinflamatorio, antioxidante, antiradical, antiséptico, expectorante
Timol	Tomillo	+ analgésico, sedante, estimulador digestivo, antiinflamatorio, antioxidante, antiradical, antiséptico.

Principios activos	Planta de origen	Propiedades
Eugenol	Clavo de especia	+ espasmolítico, carminativo, antiinflamatorio, antioxidante, antirradical, antiséptico, antiespasmódico, anticonvulsivo, hepatoprotector, colerético.
Monoterpenoles		Antiinfeccioso (espectro amplio), estimulante general e inmunitario.
Linalol	Madera de rosa	+ sedante, espasmolítico
Mentol	Menta	+ hepatoestimulante, vasoconstrictor, analgésico, estimulador digestivo, antiinflamatorio, carminativo, antiséptico, antiespasmódico, expectorante, enterorelajante, carminativo.
Aldehído aromático		Antiinfeccioso principal, tónico general y del sistema nervioso simpático
Cinamaldehído	Canela	+ Antiinflamatorio, antioxidante, antirradical, antiséptico, espasmolítico, estimulador digestivo, colerético.
Óxidos		Antiinfeccioso, inmuno-modulador
Cineol	Eucalipto	+ colerético, espasmolítico, antiséptico, estimulante del sistema nervioso central, sedante.
Fenol metil-éter		Analgésico, antiinflamatorio, estimulador digestivo, antiséptico, espasmolítico, tónico, antálgico, tonificante, antibacteriano y antiviral.
Trans-anetol	Anís	+ carminativo, estimulador digestivo
Estragol	Albahaca	+ estimulador digestivo
Éter-óxidos		Antálgico, estimulador digestivo, antiséptico, espasmolítico, tónico
Apiol	Perejil	+ vasodilatador
Compuesto sulfurado		Estimulador digestivo, colescolerético, antiinflamatorio
Alicina	Ajo	
Alcaloides		Acción a nivel del sistema nervioso central, anestésico.
Sanguinarina	Sanguinaria	Antimicrobiano, antifúngico, antiinflamatorio.
Saponósidos		Molusquicida, antitusivo, diurético, antiinflamatorio
Gliciricina	regaliz	+ Antidiarreico, estimulador digestivo, antiinflamatorio, antioxidante, inmunoestimulante.

De este modo, el extracto vegetal constituye el primer elemento esencial incorporado en el producto, según la invención.

- 5 Los extractos vegetales utilizados por la invención se encuentran muy frecuentemente en forma de líquidos hidrófobos. Se puede tratar de extractos naturales o de productos de síntesis "idénticos a los naturales".

Pueden adoptar forma de aceites esenciales, resinas oleoresinas y aromas.

- 10 El segundo elemento esencial que interviene en la composición del producto según la invención, es un sustrato en forma de gránulos esféricos de dimensión apropiada.

- 15 La dificultad ha consistido en encontrar un sustrato que sea simultáneamente capaz de contener una cantidad suficiente de extractos vegetales, que sea compatible con la realización de un recubrimiento protector eficaz y que presente buenas propiedades de liberación de los principios activos después de administración al animal.

Se utiliza para ello gránulos esféricos de sílice precipitada.

- 20 Los extractos vegetales son adsorbidos y/o absorbidos en los gránulos esféricos de sílice precipitada.

Se ha podido determinar que la dimensión de los gránulos esféricos debe estar comprendida dentro de límites determinados para obtener los efectos buscados.

- 25 De este modo es importante que la dimensión de los gránulos esféricos sea inferior aproximadamente a 500 µm con la finalidad de asegurar la homogeneidad satisfactoria de la mezcla posterior realizada entre el producto pulverulento y un sustrato alimenticio para animales.

- 30 Por otra parte, es importante que la dimensión de los gránulos esféricos, sea superior a 90 µm para evitar la presencia de partículas demasiado finas. Dichas partículas demasiado finas podrían conducir por una parte a la presencia de partículas en suspensión en el aire cuando se utiliza el producto, lo que sería nocivo para los manipuladores; estas partículas demasiado finas conducirían además a perturbar sensiblemente el proceso de recubrimiento en un lecho de aire fluidizado por la formación de aglomerados. Una dimensión superior a 200 µm aproximadamente facilita mejores resultados, por una mayor fiabilidad del recubrimiento.

Por lo tanto, resulta ventajoso escoger gránulos esféricos de sílice precipitada con una densidad de llenado en estado compactado (DRT) superior a 0,29. La densidad de llenado en estado compactado se puede determinar según la norma NF T 30-042.

5 Es igualmente ventajoso escoger una sílice precipitada que permita una absorción de aceite hidrófobo DOP superior a 100 mililitros por 100 gramos. La absorción de líquido hidrófobo DOP se puede medir según la norma NF T 30-022 (marzo 1953) utilizando el dioctilftalato.

10 Igualmente se pueden caracterizar ventajosamente los volúmenes de poros de la sílice precipitada. Los volúmenes de poros se miden mediante un porosímetro de mercurio. Para ello, la preparación de cada muestra se puede hacer del modo siguiente: cada muestra es previamente secada durante dos horas en estufa a 200°C, y después es situada en un tubo de ensayo en los cinco minutos que siguen a su salida de la estufa y es desgasificada en vacío, por ejemplo con ayuda de una bomba de husillos rotativos. Los diámetros de los poros se calculan por la relación de Washburn con un ángulo de contacto  $\theta$  igual a 140° y una tensión superficial y igual a 484 dinas/cm. Se puede utilizar un porosímetro de marca MICAOMERITICS 9300.

20 Se puede igualmente caracterizar la sílice precipitada por su superficie específica BET, que se escogerá de manera que esté comprendida entre 140 y 240 m<sup>2</sup>/g aproximadamente. La superficie específica BET es determinada según el método BRUNAUER - EMMET - TELLER descrita en - The Journal of the American Chemical Society-vol. 60, página 309, febrero 1938, correspondiente a la norma NF T 45007 de noviembre 1987.

25 Igualmente se puede caracterizar la sílice precipitada por su superficie específica CTAB, que se escogerá de manera que esté comprendida entre 140 y 230 m<sup>2</sup>/g aproximadamente. La superficie específica CTAB es la superficie externa determinada según la norma 10 NF R 45007 de noviembre 1987.

30 Se intentará igualmente asegurarse de la ausencia, o proporción muy reducida de partículas finas, previendo partículas esféricas cuya relación de rechazo es de, como mínimo, 92% en peso, en una criba con una abertura de malla de 75  $\mu$ m.

Para optimizar su capacidad de adsorción y/o de absorción en extractos vegetales, la sílice precipitada tendrá preferentemente una humedad reducida: su proporción de humedad (pérdida en el secado 105°C durante 2 horas) será preferentemente inferior a 5% en peso, antes de la absorción de los extractos vegetales.

35 Se podrá buscar igualmente una sílice precipitada con una friabilidad media inferior a un límite admisible. La medición de la friabilidad de la sílice precipitada se efectúa según el procedimiento siguiente: en una aparato con lecho de aire fluidizado, por ejemplo de marca Glatt GPCG1, se introduce una muestra de ensayo exactamente pesada e igual a 800 gramos de sílice precipitada, con una granulometría definida, por ejemplo 90  $\mu$ m a 350  $\mu$ m; la sílice es sometida entonces a un lecho de aire fluidizado con una entrada de aire de 100 m<sup>3</sup>/hora, una temperatura de 25°C y una presión de aire de 2,5 bares durante 30 minutos. A continuación, la muestra es cribada nuevamente sobre una criba de 90  $\mu$ m y después es pesada. La friabilidad F (porcentaje) se determina por la expresión:

$$F=(1-B/A)100\%$$

45 siendo A = peso de la sílice retenida por el tamiz de 90  $\mu$ m antes de ensayo.  
siendo B = peso de la sílice retenida por el tamiz de 90  $\mu$ m después de ensayo.

50 Igualmente se podrá caracterizar la sílice precipitada por su derrame o capacidad de flujo. El derrame está representado por el tiempo de paso de las composiciones preparadas y es medido por el paso de 50 gramos de producto por un silo de cristal con orificio calibrado (diámetro del cilindro: 50 mm; altura del cilindro: 64 mm; ángulo de cono: 53°; diámetro de paso en la base del cono: 8 mm). Según este procedimiento se llena el silo, cerrado en su base, con 50 gramos de producto; a continuación se abre la base y se anota el tiempo de paso o flujo completo de unos 50 gramos de producto.

55 Se puede apreciar igualmente el derrame por medición del ángulo de talud, según la norma NF T 20-221.

60 El tercer elemento esencial que entra en la composición del producto pulverulento, según la invención, es el recubrimiento protector. El recubrimiento protector tiene por función aislar los extractos vegetales con respecto al medio ambiente durante todo el periodo preliminar en el curso del cual se desea evitar el contacto con los extractos vegetales.

65 Cuando el objetivo del recubrimiento es, por ejemplo, proteger el principio activo del medio ambiente durante un periodo de almacenamiento prolongado se pueden utilizar polímeros de tipo celulósico, materias grasas, derivados de almidón o goma.

El material de recubrimiento protector puede asegurar igualmente el enmascarado del sabor o de efectos irritantes de los principios activos contenidos en el extracto o extractos vegetales. Por ejemplo, se han obtenido buenos resultados con un material de recubrimiento protector a base de hidroxipropilmetilcelulosa acuosa (HPMC).

5 Cuando el objetivo del recubrimiento es el de acelerar/retrasar o direccionar la liberación de los principios activos en el tracto digestivo, la selección del polímero será función de la especie animal considerada, del objetivo buscado (gastrorresistencia, liberación cólica, liberación ruminal o post-ruminal). Se puede utilizar, por ejemplo, para una aplicación en el monogástrico, polímeros sensibles a pH (o dependientes de pH). Se tiene a disposición una amplia variedad de dichos polímeros sensibles a pH. Se diferencian entre sí por el pH a partir del cual se disuelven. Se disponen ejemplos de materiales utilizables, según las marcas:

- EUDRAGIT®
- AQUATERIC®
- AQOAT®.

15 Se pueden prever mezclas de polímeros compatibles previstas para obtener disoluciones con pH intermedios.

Los umbrales de pH de disolución son afectados en la práctica por la elección de plastificantes, pigmentos de color, incorporados a los polímeros, por el espesor del recubrimiento, por la formulación de los núcleos y las fuerzas de desintegración.

No obstante, por razones de coste o de normativa se pueden favorecer otros excipientes (celulosa, ceras, grasas, etc.), que pueden retrasar la liberación del principio activo en el entorno digestivo, por ejemplo, en el monogástrico de perro o cerdo.

25 El porcentaje de recubrimiento a utilizar depende de la naturaleza del excipiente, del objetivo buscado (gastrorresistencia, liberación cólica, etc.) así como la dimensión de las partículas a recubrir.

En la práctica, la cantidad de recubrimiento representa un porcentaje de 10 a 30% en peso para partículas de sílice esférica con una dimensión comprendida entre 90 µm y 500 µm. Se obtiene entonces una acción eficaz.

Frecuentemente se exige un plastificante en la composición de recubrimiento para asegurar una buena plasticidad de la película. El tipo de plastificante utilizado dependerá de la selección del excipiente de recubrimiento. Se puede utilizar un excipiente con una proporción de 5 a 40%, en función de las recomendaciones de los fabricantes de excipientes.

El producto pulverulento, según la invención, se ha mostrado en la figura 1, representando en sección diametral un grano de producto pulverulento, según la invención. Se distinguen en esta sección, extractos vegetales en forma de un líquido hidrófobo adsorbido y/o absorbido en un gránulo esférico de sílice precipitada -2- cuyo diámetro -D2- medio, está comprendido entre 90 µm y 500 µm aproximadamente y se distingue una capa de material de recubrimiento protector -3- que tiene un espesor -E3- y cuya superficie exterior -4- define el diámetro global -D- del grano de polvo.

Los extractos vegetales -1- en forma líquida, se encuentran presentes en la sílice precipitada -2- según una proporción superior a 20% en peso.

El espesor -E3- del material de recubrimiento se escoge de manera que el material de recubrimiento protector -3- se encuentra presente en una proporción aproximada de 10 a 30% aproximadamente en peso del producto pulverulento.

Se hará referencia a continuación a la figura 2 que muestra las principales etapas del procedimiento de fabricación de un producto pulverulento, según la figura 1.

Según la etapa a), se prevén gránulos esféricos de sílice precipitada -2- de talla media comprendida entre 90 µm y 500 µm aproximadamente.

Esta sílice puede ser preparada por un procedimiento del tipo que comprende la reacción de un silicato con un agente acidificante para obtener una suspensión de sílice precipitada, y después por la separación y secado de esta suspensión con ayuda de un atomizador de toberas. Se podrá utilizar, por ejemplo, un procedimiento tal como se describe en el documento WO 99/07237. Se podrán prever otros procedimientos.

En la etapa b) se prevé uno o varios extractos vegetales en forma de un líquido -1- generalmente hidrófobo.

En el curso de la etapa c), se lleva a cabo la adsorción y/o la absorción de una cantidad apropiada del líquido hidrófobo -1- en los gránulos esféricos de sílice precipitada -2-.

La adsorción y/o la absorción del líquido -1- sobre el soporte de base de dicha sílice precipitada -2- puede efectuarse por pulverización directamente en un lecho de aire fluidizado -5-.

5 De manera alternativa, de forma más clásica, se puede realizar la adsorción y/o absorción en un mezclador.

La cantidad de líquido -1- adsorbida y/o absorbida, depende en general de la aplicación buscada. No obstante, especialmente en el caso de un aceite esencial, el contenido del líquido deberá ser, como mínimo, de 20% en peso, de manera más ventajosa superior a 30%, con la finalidad de obtener partículas de densidad suficiente para permitir el recubrimiento posterior en el curso de la etapa d).

En el curso de la etapa d), se aplica, sobre los gránulos esferoidales de sílice precipitada -2- que contienen el líquido hidrófobo -1-, como mínimo, una capa de material de recubrimiento protector -3-. El recubrimiento puede ser realizado ventajosamente según la invención por pulverización del material de recubrimiento protector sobre los gránulos esferoidales -2- en un lecho de aire fluidizado -6-.

Se hará referencia a continuación a las figuras 3, 4, 5 y 6, para la explicación de la técnica de lecho de aire fluidizado.

20 El principio del lecho de aire fluidizado se basa en la creación de un flujo de aire ascendente de suspensión por un fenómeno de aspiración. Este flujo de aire ascendente cuya presión y temperatura son fijadas según parámetros predefinidos, es canalizado con la finalidad de atravesar de abajo hacia arriba un lecho de material pulverulento y arrastrar su puesta en suspensión.

25 Se distingue, en el sistema -7- de lecho fluidizado según la figura 6: una entrada de aire de suspensión -8- con sistema de filtrado y de calentamiento -9-, que deja entrar el aire de suspensión caliente a la base de una envolvente -10- que tiene una salida de aire superior -11- conectado a la atmósfera por un dispositivo de aspiración -12-. Una rejilla de distribución -13- en la zona inferior de la envolvente -10- limita la base de una zona de productos pulverulentos fluidizados -14- o zona de pulverización. Por encima de la zona de pulverización -14- se encuentra la zona de filtrado -15-, más arriba de la salida -11- en el sentido de paso del aire de suspensión.

35 Se prevén medios de pulverización de líquido en el dispositivo para pulverizar el líquido en la zona de pulverización -14-. En la realización mostrada en la figura 6, se trata de pulverización desde arriba (top spray). La pulverización se efectúa por inyección de líquido -1- y de aire de pulverización -16-.

40 Se controla la temperatura de entrada de aire de suspensión por medios de control de temperatura inferiores -17-, la temperatura en la zona de pulverización -14- por medios de control de temperatura intermedios -18-, la temperatura en la zona superior por medios de control de temperatura superiores -19- y la humedad en la zona de pulverización -14- por captadores de humedad -20-. La cantidad de aire de suspensión admitida es controlada por una válvula de entrada de aire -21-.

La tobera de pulverización -22- está situada encima de las partículas en suspensión en el lecho de aire de la zona de pulverización -14- y la pulverización -22a- del agente humectante se efectúa de arriba hacia abajo.

45 El aparato se compone por lo tanto de dos secciones en contacto con el producto:

- una envolvente -10- que tiene ventajosamente forma de cuba cónica, dotada de un fondo perforado o rejilla -13- para la retención del producto a tratar y dotada de la tobera de pulverización -22- orientada hacia abajo, posicionable en dos niveles de la cuba, según la cantidad de producto tratado;
- 50 - una prolongación superior que forma el alojamiento de un filtro de manga que constituye la zona de filtrado -15- que permite retener el producto en tratamiento para evitar su escape por la salida de aire superior -11-.

Periódicamente, durante el procedimiento, se interrumpe la fluidización y el filtro es descolmatado por sacudidas mecánicas, lo que permite a las partículas finas volver al lecho para recubrimiento.

55 La figura 3 muestra nuevamente, en una perspectiva parcial, el sistema -7- de la figura 6, representando el flujo de aire de suspensión -30- y el flujo de las partículas -31- en la zona de pulverización -14-.

60 La figura 4 muestra un sistema de recubrimiento por pulverización desde abajo. La tobera de pulverización -22- está situada en el fondo de la cubeta, en el centro de la placa perforada o rejilla -13-, y está sobrepasada por un cilindro -32-. La pulverización del líquido humectante o agente de recubrimiento se efectúa desde abajo hacia arriba. El aparato se compone de una cuba móvil -33- de tipo WÜRSTER de forma cónica que se adapta sobre el alojamiento del filtro de manga -15- del aparato. La cuba -33- presenta una placa de fondo de la cuba perforada -13-, un cilindro -32- (facultativo) situado en la parte inferior de la cuba por encima de la parte perforada y cuya altura es regulable, y una tobera -22- situada en el centro de la placa perforada -13-, por debajo del cilindro -32- y orientada para pulverización desde abajo hacia arriba. El volumen de aire más importante que atraviesa el centro de la placa

perforada -13- y el cilindro interno -32- crean por esta razón un flujo ascendente -31- de materia que vuelve a descender a continuación hacia el exterior, dándoles a las partículas en suspensión un movimiento del tipo llamado "de fuente". La materia en suspensión circula con rapidez, de esta manera, y a cada paso del producto cerca de la tobera de pulverización recibe una capa de recubrimiento suplementaria. Cuando se interrumpe la pulverización del líquido de recubrimiento tiene lugar el secado, que continua en la misma cuba simplemente con aumento de la temperatura y un caudal de aire entrante -30-. Se obtiene de esta manera, una superficie muy regular del recubrimiento.

En la figura 5 se ha mostrado un sistema de recubrimiento con pulverización tangencial. Para esta aplicación particular, el aparato está constituido por una cuba -33- de productos de forma cónica, dotada en su base de un disco metálico -34- montado de forma rotativa alrededor de un eje vertical -35-, cuya velocidad es modulable. La posición vertical del disco puede ser modificada hacia arriba o hacia abajo, creando una abertura más o menos grande entre el disco -34- y la cuba de productos -33-. El aire pre-acondicionado es aspirado a través de esta abertura más o menos grande entre el disco -34- y la cuba -33-. Este aire produce la fluidización de las partículas a recubrir a nivel de la circunferencia de la cuba de productos -33-. Simultáneamente, el disco -34- gira a una cierta velocidad y la fuerza centrífuga generada provoca un desplazamiento de las partículas hacia las paredes de la cuba de productos -33-, o éstas son levantadas por la corriente de aire de fluidización hasta la cámara de expansión -14-. Las partículas se ralentizan entonces y vuelven a descender por gravedad hacia el centro del disco y repiten cíclicamente el movimiento. La combinación de la fuerza centrífuga, de la fuerza ascendente procedente del aire fluidizante y de la fuerza de la gravedad produce un movimiento helicoidal en espiral -36-. El ciclo es muy rápido y el efecto de mezcla es muy importante. La tobera de pulverización -22- está sumergida en el seno del lecho de producto fluidizado y el líquido de recubrimiento es aplicado de manera tangencial con respecto al flujo de partículas.

Es importante, según la invención, realizar un recubrimiento eficaz, asegurando una protección eficaz en los extractos vegetales con respecto al medio ambiente. Para ello, la capa de recubrimiento -3- debe ser continua y con un espesor suficiente en toda la superficie externa del grano de polvo, tal como se ha mostrado en la figura 1. La obtención de esta protección se hace posible por la forma esferoidal de los gránulos de sílice -2-, puesto que el material de recubrimiento protector se reparte entonces regularmente sobre toda la superficie del gránulo de sílice -2-, asegurando un espesor E3 relativamente constante. Simultáneamente, la cantidad de líquido hidrófobo -1- contenida en la sílice asegura una densidad suficientemente grande, evitando el desplazamiento excesivo de los gránulos en el lecho de aire fluidizado cuando tiene lugar el recubrimiento, de manera que el recubrimiento se efectúa de manera satisfactoria.

Igualmente, el recubrimiento es satisfactorio por el hecho de que hay ausencia de partículas demasiado finas en el lecho de aire fluidizado.

Se ha podido evaluar la eficacia del recubrimiento por la búsqueda de la limitación de efecto irritante de ciertas moléculas. Moléculas microencapsuladas, según la invención, han sido aplicadas sobre la piel de animales, sobre una zona sana y una zona escarificada. Después de los intervalos de tiempo definidos se ha apreciado el grado de irritación. El ensayo ha sido conducido durante un periodo de tiempo suficiente de varios días, de manera que se puede apreciar la reversibilidad de los efectos observados.

De esta manera se ha podido comprobar una reducción muy sensible de las reacciones de irritación por utilización del producto pulverulento, según la invención.

Como consecuencia se ha podido controlar la velocidad de disolución del principio activo a partir de la forma recubierta de los productos pulverulentos a base de extractos vegetales, según la invención. Se ha comprobado de esta manera una velocidad suficiente de disolución.

Se facilita a continuación un primer ejemplo de fabricación de un producto según la invención, consistente en la adsorción y/o la absorción de eugenol y de cinamaldehído sobre un soporte formado por sílice precipitada. En este ejemplo, el eugenol y el cinamaldehído son productos de síntesis, químicamente idénticos a los principios activos contenidos en los extractos de aceites esenciales del clavo y de canela.

La colocación sobre el soporte se ha efectuado en un mezclador de laboratorio de marca VRIECO-NAUTA tipo 020-FFC-50, girando a 7 revoluciones por minuto, con un eje interior girando a 210 revoluciones por minuto dotado de una tobera a través de la cual se ha pulverizado el líquido en mezcla. Se han cargado 5 kilos de sílice precipitada en el mezclador y después se han pulverizado 5 kilos de la solución de eugenol a 62% y de cinamaldehído a 38% a temperatura ambiente y con un caudal de 75 mililitros/minuto sobre la sílice. Se ha mezclado durante toda la operación y después se ha homogeneizado durante 15 minutos suplementarios. La composición acondicionada obtenida de este modo contenía 50% en peso de sílice precipitada y 50% de mezcla de eugenol y de cinamaldehído. Se ha podido comprobar que esta composición presentaba las propiedades necesarias para permitir un funcionamiento de recubrimiento en lecho de aire fluidizado.

El recubrimiento de esta composición se ha realizado en lecho de aire fluidizado (Aeromatic Fielder MP1). La pulverización ha sido realizada por un sistema de pulverización desde arriba. El producto de recubrimiento consistía

5 en hidroxipropilmetilcelulosa (HPMC) acuosa, disponible en el mercado como marca Pharmacoat 603, y aplicada sobre la sílice según el procedimiento presente. Se ha preparado la solución de recubrimiento en forma de mezcla de HPMC (18%) y de polietilglicol 6000 (2%), realizado en agua con agitación vigorosa hasta la obtención de una dispersión homogénea, y dejando después en reposo durante 24 horas. Una masa de 1000 gramos de la composición acondicionada a base de un soporte de sílice ha sido puesta en la cuba del lecho de aire fluidizado y después una masa de 556 gramos de la solución de recubrimiento ha sido pulverizada con la finalidad de obtener un porcentaje de recubrimiento de 10%. El flujo de aire de suspensión en el aparato de recubrimiento era de 80 a 90 m<sup>3</sup>/hora. La temperatura de la solución de recubrimiento era de 25°C. La temperatura del producto era de 25 a 35°C. La presión de aire de pulverización era de 2,5 bares. El caudal de pulverización era de 15 g/minuto. El diámetro de la tobera era de 1 mm. El tiempo de secado después de pulverización de la solución de recubrimiento ha sido de 5 a 10 minutos.

15 Se facilita a continuación un segundo ejemplo de fabricación de un producto, según la invención. La primera etapa de adsorción y/o absorción ha sido idéntica a la del ejemplo anterior. La segunda etapa de recubrimiento ha sido realizada en lecho de aire fluidizado a base de un soporte de sílice con el aparato Aeromatic Fielder MP1. El producto de recubrimiento era una emulsión de etilcelulosa (EC) de marca Aquacoat ECD como excipiente de recubrimiento. Se ha realizado una solución comprendiendo 614,9 gramos de Aquacoat ECD y 45,76 gramos de Dibutylsebacato completados con 877,3 gramos de agua y después se ha dejado en reposo durante 24 horas.

20 Una masa de 800 gramos de la composición acondicionada a base de un soporte de sílice ha sido colocada en una cuba con lecho de aire fluidizado. El caudal de aire del aparato se ha fijado en 80-90 m<sup>3</sup>/h, la temperatura de la solución de recubrimiento era de 25°C, la temperatura del producto era de 25 a 35°C, la presión de aire de pulverización era de 2,5 bares para un caudal de pulverización de 15 gramos/minuto, y un diámetro de la tobera de 1 mm. Una masa de 200 gramos de la solución de recubrimiento ha sido pulverizada con la finalidad de obtener un porcentaje de recubrimiento de 10%. Después de pulverización de la solución de recubrimiento se ha respetado el tiempo de secado de 5 a 10 minutos.

30 Se facilitará a continuación un tercer ejemplo de fabricación de un producto, según la invención. La primera etapa de adsorción y/o absorción ha sido idéntica a la de los ejemplos anteriores. La segunda etapa de recubrimiento ha sido realizada en lecho de aire fluidizado a base de un soporte de sílice con el aparato Aeromatic Fielder MP1. El producto de recubrimiento ha sido un aceite de colza hidrogenado como excipiente de recubrimiento.

35 Una masa de 900 gramos de la composición acondicionada a base de un soporte de sílice ha sido colocada en una cuba con lecho de aire fluidizado. El caudal de aire del aparato se ha fijado en 90 m<sup>3</sup>/h, la temperatura de la solución de recubrimiento era de 80°C, la temperatura del producto era de 37 - 42°C, la presión de aire de pulverización ha sido de 2,5 bares para un caudal de pulverización de 18 gramos/minuto, y un diámetro de la tobera de 1 mm. Una masa de 100 gramos de la solución de recubrimiento ha sido pulverizada con la finalidad de obtener un porcentaje de recubrimiento de 10%. Después de pulverización de la solución de recubrimiento se ha respetado un tiempo de cristalización del excipiente de recubrimiento de 5 a 10 minutos.

40 La presente invención no está limitada a las formas de realización que se han descrito de manera explícita, sino que incluyen las diferentes variantes y generalizaciones contenidas en el ámbito de las reivindicaciones adjuntas.

**REIVINDICACIONES**

1. Producto pulverulento a base de uno o varios extractos vegetales, para la nutrición animal o medicina veterinaria, en el que:
- 5 - el extracto o extracto vegetales son adsorbidos y/o absorbidos en la sílice precipitada,  
- la sílice precipitada se encuentra en forma de gránulos esferoidales (2) no aglomerados,  
- los gránulos esferoidales (2) de sílice precipitada tienen una dimensión comprendida entre 90µm y 500 µm aproximadamente, preferentemente comprendida entre 200 µm y 500 µm aproximadamente, sensiblemente desprovistos de partículas finas,
- 10 caracterizado porque:
- el extracto o extractos vegetales adoptan forma de líquido hidrófobo (1),  
- los gránulos esferoidales de sílice precipitada (2) que contienen el extracto o extractos vegetales adsorbidos y/o absorbidos, son recubiertos por una placa de material de recubrimiento protector (3),  
15 - el extracto o extractos vegetales (1) en forma de líquido hidrófobo se encuentran presentes en la sílice precipitada (2), según una proporción superior a 20% en peso.
2. Producto, según la reivindicación 1, caracterizado porque el extracto o extractos vegetales (1) en forma líquida se encuentran presentes en la sílice precipitada (2), según una proporción superior a 30% en peso.
- 20
3. Producto, según una de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque los gránulos esferoidales (2) de sílice precipitada tienen una densidad de relleno en estado compactado DRT superior a 0,29, una toma de aceite DOP superior a 100 mililitros/100 gramos, una superficie BET comprendida entre 140 y 240 m<sup>2</sup>/gramos aproximadamente, una superficie específica CTAB comprendida entre 140 y 230 m<sup>2</sup>/gramo aproximadamente, una proporción de humedad inferior a 5% en peso, una relación de rechazo en la criba de, como mínimo, 92% en peso para aberturas de la malla de 75 µm.
- 25
4. Producto, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el material de recubrimiento protector (3) se encuentra presente en una proporción aproximada de 10 a 30% en peso del producto pulverulento.
- 30
5. Producto, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el material de recubrimiento protector (3) asegura el enmascarado del sabor o de los efectos irritantes de los principios activos contenidos en el extracto o extractos vegetales.
- 35
6. Producto, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el material de recubrimiento protector (3) asegura la estabilidad de los principios activos contenidos en el extracto o extractos vegetales durante un tiempo de almacenamiento y/o cuando tienen lugar procedimientos industriales de utilización del producto.
- 40
7. Producto, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el material de recubrimiento protector (3) asegura una liberación acelerada, retardada o direccionada en el tracto digestivo de los principios activos contenidos en los extractos vegetales.
- 45
8. Producto, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el material de recubrimiento protector (3) es escogido entre agentes de recubrimiento utilizados en el sector farmacéutico o agroalimentario.
9. Producto, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque el material de recubrimiento protector (3) es a base de goma o de polisacáridos (almidón, celulosa), o de proteína, o de copolímeros de ácido metacrílico, o de materia grasa, o de sus mezclas.
- 50
10. Producto, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque la capa de material de recubrimiento protector (3) presenta las propiedades fisico-químicas de una capa realizada por lecho de aire fluidizado.
- 55
11. Producto, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque el extracto o extractos vegetales adoptan inicialmente forma de líquido hidrófobo, tal como aceite esencial, oleoresina, goma, resina o aroma.
12. Procedimiento para la fabricación de un producto pulverulento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado por comprender las siguientes etapas:
- 60
- a) disponer gránulos esferoidales de sílice precipitada (2) de dimensiones medias comprendidas entre 90 µm y 500 µm aproximadamente, preferentemente comprendidas entre 200 µm y 500 µm aproximadamente, sensiblemente desprovistas de partículas finas,  
b) disponer uno o varios extractos vegetales en forma de líquido hidrófobo (1),  
65 c) realizar la adsorción y/o la absorción de una cantidad mínima del 20% en peso del líquido hidrófobo (1) en los gránulos esferoidales de sílice precipitada (2) evitando su aglomeración,

d) aplicar sobre los gránulos esferoidales no aglomerados de sílice precipitada (2) que contienen el líquido hidrófobo (1), por lo menos una capa de material de recubrimiento protector (3) por pulverización del material de recubrimiento protector (3) líquido sobre los gránulos esferoidales (2) en un lecho de aire fluidizado (6).

5 13. Procedimiento, según la reivindicación 12, caracterizado porque en la etapa d) el material de recubrimiento protector (3) líquido es una solución acuosa o una emulsión acuosa o una grasa (lípidos).

10 14. Procedimiento, según una de las reivindicaciones 12 ó 13, caracterizado porque en el material de recubrimiento protector en forma de emulsión acuosa o solución acuosa, la concentración de excipiente de recubrimiento es de 8% a 30% en peso; preferentemente de 10% a 25% en peso.

15 15. Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones 12 a 14, caracterizado porque el material de recubrimiento protector (3) contiene un plastificante en una proporción de 5 a 40% en peso del material.

15 16. Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones 12 a 15, caracterizado porque la etapa c) de adsorción y/o absorción es efectuada por pulverización en un lecho de aire fluidizado (5) o en un mezclador.

20 17. Procedimiento, según una cualquiera de las reivindicaciones 12 a 16, caracterizado porque en la etapa c) el líquido hidrófobo (1) es adsorbido y/o absorbido en la sílice precipitada (2) según una cantidad mínima de 30% en peso.

18. Aplicación de un producto, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, a la nutrición animal, en la que se introduce en una reducida cantidad producto pulverulento en un sustrato alimenticio.

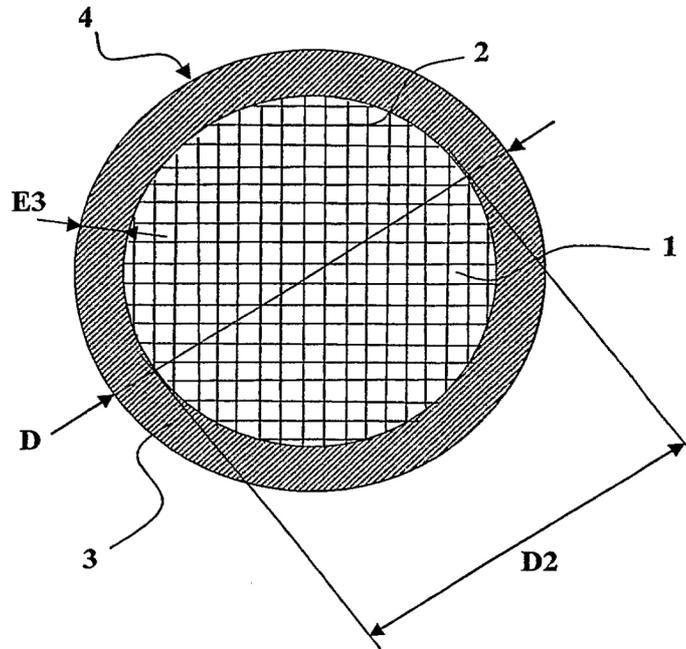


FIG. 1

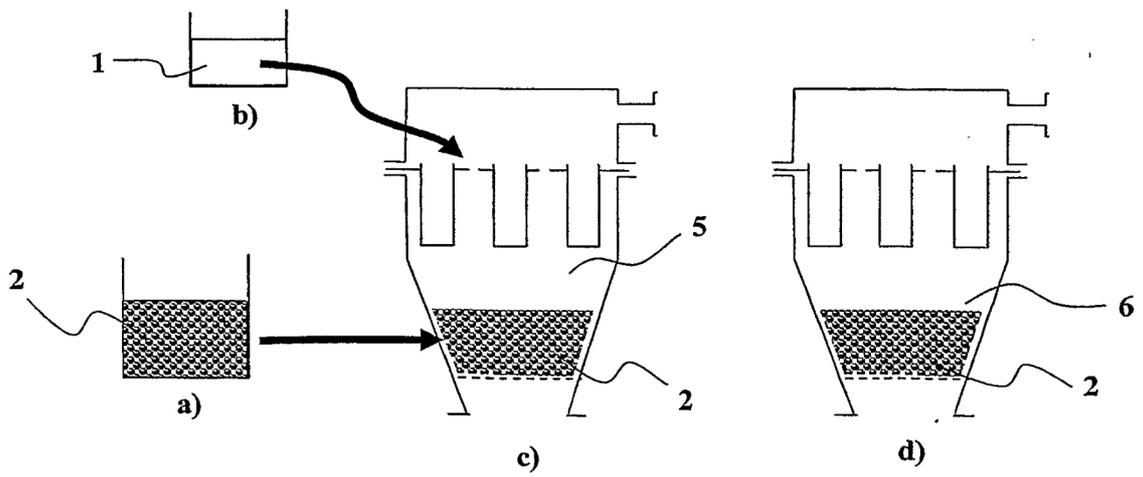


FIG. 2

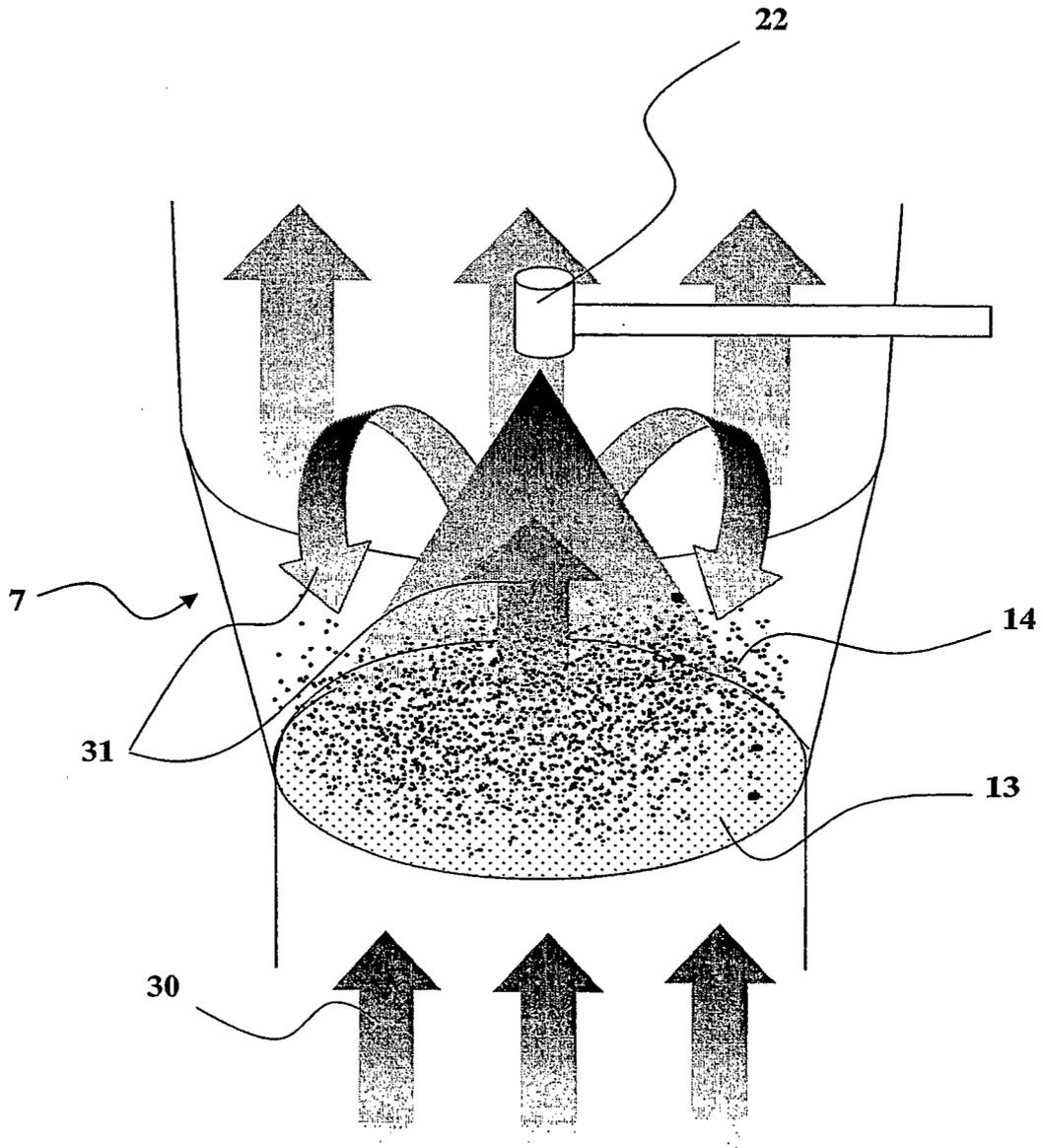
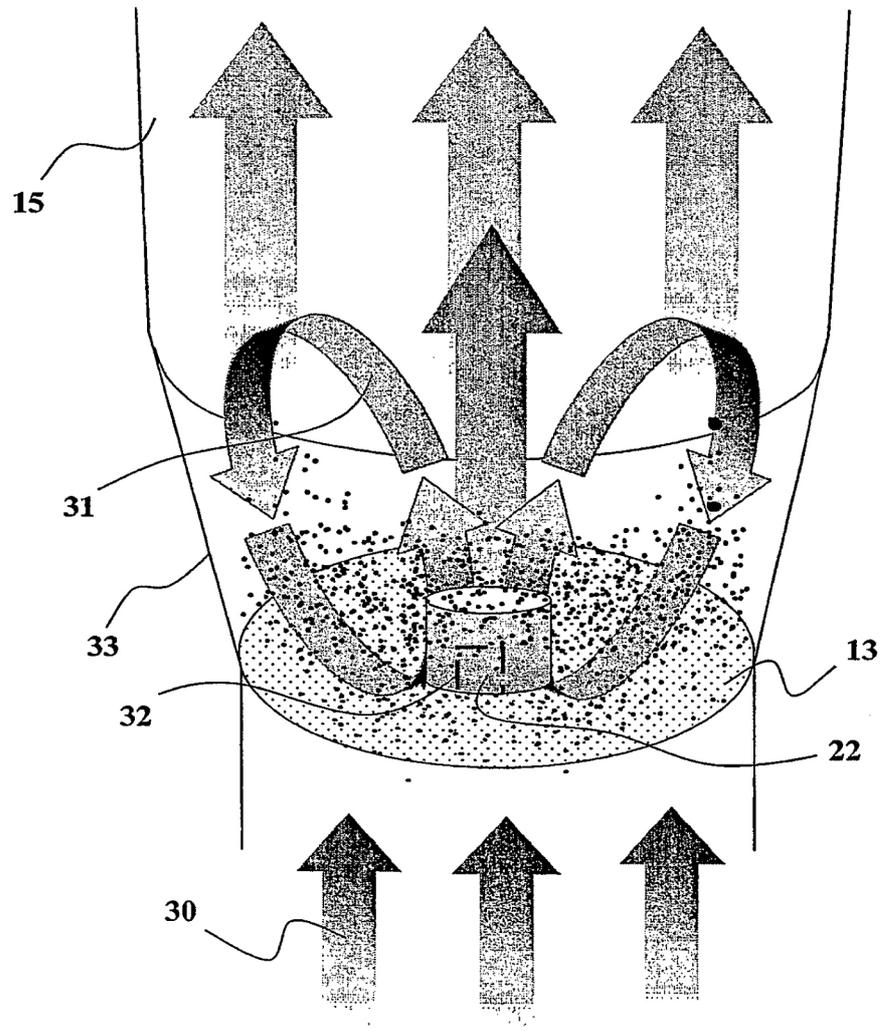


FIG. 3



**FIG. 4**

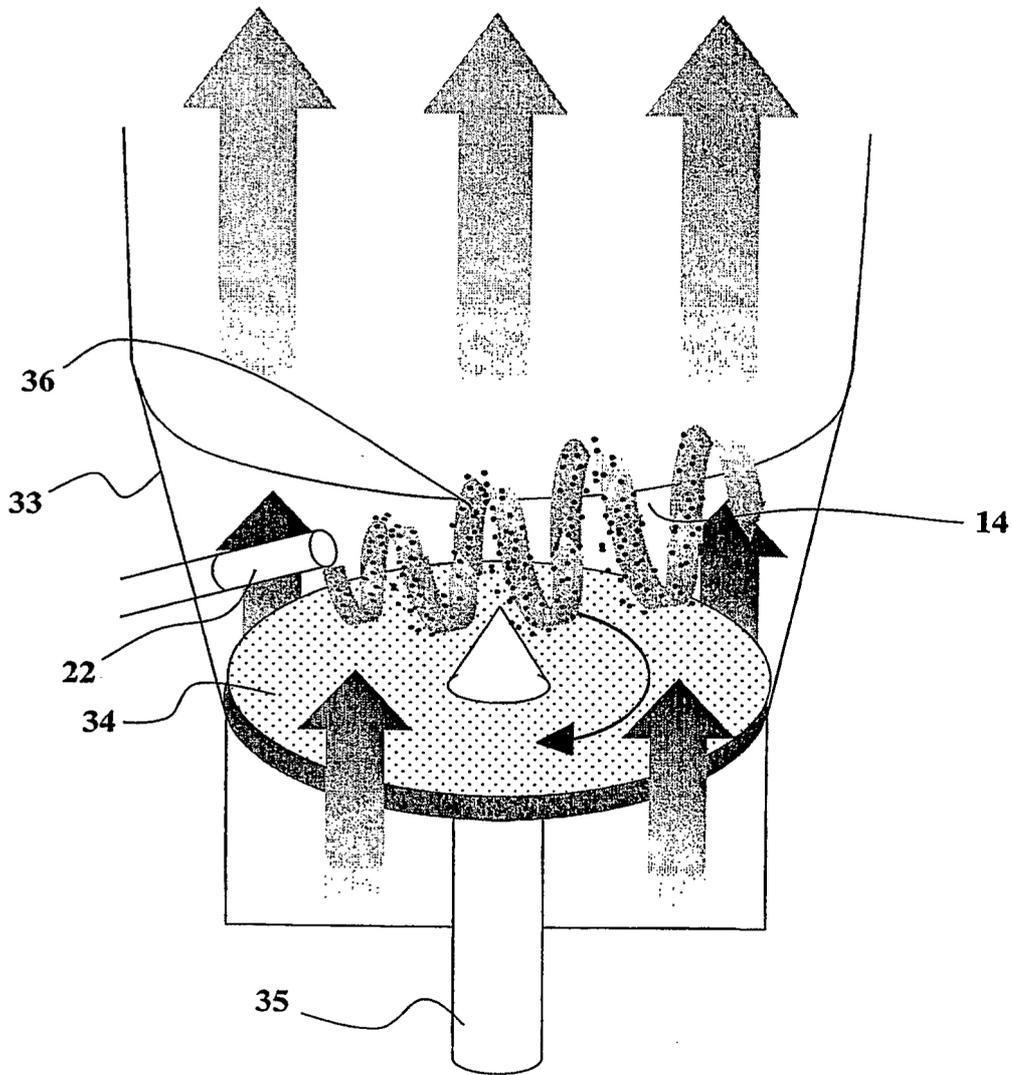


FIG. 5

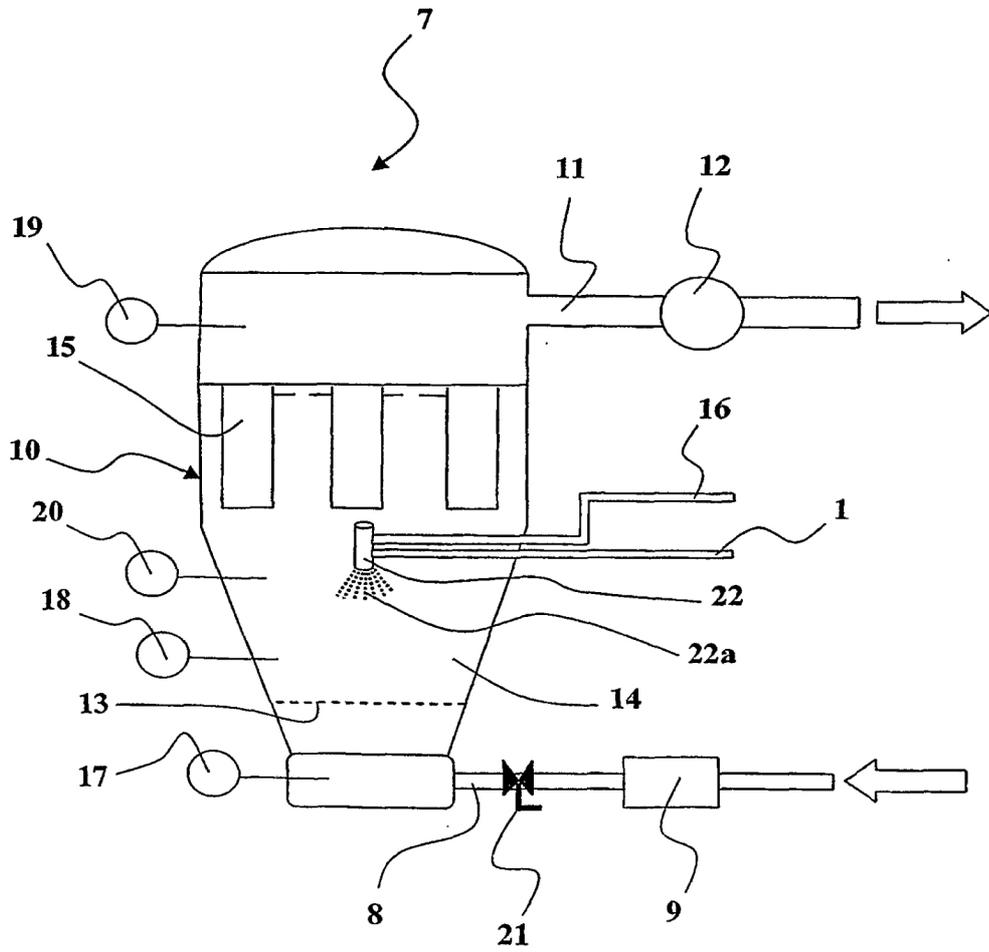


FIG. 6