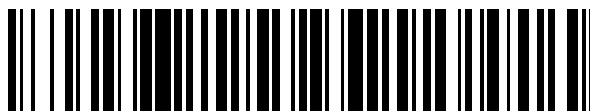


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 758 516**

51 Int. Cl.:

A61K 9/50 (2006.01)

A61K 9/14 (2006.01)

A61K 8/02 (2006.01)

A23L 27/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.09.2016** E **16450024 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.08.2019** EP **3300724**

54 Título: **Partícula que contiene al menos una sustancia volátil y proceso para su preparación**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
05.05.2020

73 Titular/es:

**ERBER AKTIENGESELLSCHAFT (100.0%)
Erber Campus 1
3131 Getzersdorf bei Traismauer, AT**

72 Inventor/es:

**GOTTSCHALK, PIA;
BINDER, EVA-MARIA;
WAXENECKER, FRANZ;
SCHIEDER, CARINA;
HUNGER, ANNE-CHRISTINE y
COLE, STEPHEN CHARLES JOHN**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 758 516 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

Partícula que contiene al menos una sustancia volátil y proceso para su preparación

La presente invención se dirige a una partícula que contiene al menos una sustancia volátil y a un proceso para su preparación. La partícula consiste en un núcleo que comprende al menos un material matriz y la al menos una sustancia volátil, así como al menos una capa de recubrimiento.

Es conocida la incorporación de ingredientes activos, tales como extractos vegetales, sustancias farmacéuticas o también aceites esenciales, en gránulos que comprenden en su núcleo al menos un material matriz, el cual es capaz de adherirse a o absorber o encapsular en la matriz los ingredientes activos. Con el fin de evitar que los ingredientes activos se destruyan o evaporen durante el almacenamiento o el procesamiento posteriores, por ejemplo, el acondicionamiento, la peletización o la granulación de un pienso animal o un aditivo para piensos, los gránulos nucleares pueden tener al menos un revestimiento aplicado mediante procesamiento en lecho fluidizado, especialmente secado en lecho fluidizado u otro procedimiento de recubrimiento conocido en la técnica. De este modo, es posible obtener partículas o micropartículas que consisten en un núcleo y una capa de recubrimiento confluyente. Sin embargo, no es posible proteger los ingredientes activos volátiles en la partícula, especialmente aquellos presentes en el núcleo, durante la aplicación de una capa de recubrimiento semejante. El o los ingredientes activos volátiles se destruyen o escapan durante la preparación del recubrimiento por el proceso de fluidización, incluso a temperaturas de procesamiento relativamente bajas. Tales pérdidas durante el proceso o el almacenamiento son costosas y se traducen en incertidumbre sobre la cantidad de ingrediente activo volátil contenida en el producto. Además, existe el riesgo de una carga insuficiente de la partícula con el compuesto volátil deseado.

Del documento US 2011/0142985, es posible preparar un aditivo granular para piensos con un núcleo y un recubrimiento, en donde el núcleo es una micropartícula compuesta por al menos un extracto vegetal activo y/o al menos un aroma incorporados en una matriz. El recubrimiento comprende al menos un edulcorante y opcionalmente al menos un potenciador y al menos un aroma. Un aroma según el documento US 2011/0142985 es cualquier aroma como se define en la Directiva Europea 88/388/CEE. Además, este documento muestra también un proceso para preparar el aditivo granular para piensos.

El documento US-PS 4.707.367 describe una composición sólida de un aceite esencial, preparada a partir de una masa fundida y extruida en forma particulada con un núcleo hidrófilo que consiste en azúcar, hidrolizado de almidón, un emulsionante seleccionado, un aroma de aceite esencial y agua, en donde el aroma del aceite esencial se proporciona en una forma sustancialmente encapsulada por completo.

El documento EP 1 419 811 A1 se dirige a extractos vegetales estables que se proporcionan en forma microencapsulada. Las microcápsulas se elaboran preparando una emulsión que contiene agua, un solubilizante, polímeros naturales y la sustancia que ha de encapsularse, y el secado posterior de esta emulsión por pulverización dará las microcápsulas pulverulentas requeridas.

Por consiguiente, la presente invención tiene como objetivo una partícula y un proceso para su preparación, en que la partícula tenga un núcleo que contenga al menos una sustancia volátil, especialmente altos contenidos de la al menos una sustancia volátil, y al menos una capa de recubrimiento que proteja la sustancia volátil en la partícula, de tal manera que apenas se produzcan pérdidas de la misma durante la preparación, el procesamiento posterior y el almacenamiento de dicha partícula. Además, la partícula debe ser fácil de manejar y debe ser una partícula especialmente fluida que no sea pegajosa ni forme grumos.

Este objetivo se ha conseguido proporcionando una partícula con un núcleo que comprende al menos un material matriz y al menos una sustancia volátil y al menos una capa de recubrimiento, en que la partícula se caracteriza por que:

a) el material matriz se selecciona del grupo de las grasas, triglicéridos hidrogenados y ceras que son sólidos o semisólidos a 20 °C y 1 atmósfera (1.013,25 hPa),

b) el núcleo contiene del 30 % en peso al 97 % en peso del material matriz, con respecto a la masa total del núcleo,

c) la al menos una sustancia volátil contenida en el núcleo tiene una presión de vapor a 125 °C de entre 10 mmHg (13,33 hPa) y 200 mmHg (266,64 hPa),

d) una primera capa de recubrimiento es una capa no confluyente que comprende al menos un material portador,

e) el material portador es un material inorgánico con una estructura porosa y un D₅₀ de 1 a 300 µm,

f) el núcleo tiene una cobertura superficial media por la capa no confluyente del 1% al 50 %,

en donde, opcionalmente, la capa no confluyente contiene al menos una sustancia hidrófoba y, opcionalmente, la partícula está rodeada por al menos una capa confluyente y/o otra u otras capas no confluentes,

en donde la presencia de la primera capa no confluyente aumenta la recuperación de la sustancia volátil en el núcleo

durante la granulaci3n o la fluidizaci3n de la part3cula.

Al proporcionar una part3cula con una primera capa de recubrimiento que es una capa de recubrimiento no confluyente que comprende preferiblemente al menos una sustancia hidr3foba, sorprendentemente es posible evitar la evaporaci3n de la al menos una sustancia vol3til contenida en el n3cleo, con independencia de si esta part3cula se almacena durante largo tiempo o se procesa posteriormente a alta temperatura. Se obtiene una part3cula estable y duradera si el n3cleo contiene del 30 % en peso al 97 % en peso del material matriz, con respecto a la masa total del n3cleo. Al proporcionar un n3cleo que contiene hasta el 97 % en peso del material matriz, es posible ajustar la durabilidad y la compacidad del n3cleo seg3n las necesidades respectivas y, al mismo tiempo, controlar la cobertura obtenida con la capa no confluyente. Se obtienen unos resultados especialmente buenos si el al menos un material matriz del n3cleo se selecciona del grupo de las grasas, triglic3ridos hidrogenados y ceras que son s3lidos o semis3lidos a 20 °C y 1 atm3sfera (1.013,25 hPa). Adem3s, es posible usar la part3cula obtenida en un procedimiento est3ndar de granulaci3n o fluidizaci3n sin p3rdidas de m3s del 20 %, preferiblemente del 10 %, lo m3s preferiblemente del 5 % en peso de la sustancia vol3til contenida en el n3cleo. Por tanto se consigue una mayor recuperaci3n de las sustancias vol3tiles en el n3cleo, preferiblemente de m3s del 10 %, m3s del 20 %, m3s del 30 % y m3s del 50 %.

Se obtiene una retenci3n especialmente buena de la sustancia vol3til en el n3cleo si se usan materiales portadores inorg3nicos con una estructura porosa y un D_{50} de 1 a 300 μm . Preferiblemente, pueden usarse materiales portadores inorg3nicos con una estructura porosa y un D_{50} de 2 a 150 μm y m3s preferiblemente de 5 a 30 μm como material portador. El D_{50} se define como el tama1o (di3metro) de part3cula por debajo del cual est3 el 50 % de las part3culas de una muestra. Con un material portador semejante es posible obtener una capa no confluyente con el grosor suficiente para ser capaz de absorber las sustancias vol3tiles presentes en el n3cleo y, al mismo tiempo, obtener una part3cula con una capa no confluyente que no cubre m3s del 50 % de la superficie del n3cleo.

Pueden obtenerse resultados excelentes si la al menos una sustancia vol3til contenida en el n3cleo tiene una presi3n de vapor a 125 °C de entre 10 mmHg (13,33 hPa) y 200 mmHg (266,64 hPa). Preferiblemente, se obtiene una part3cula con una cobertura superficial media por la capa no confluyente del 1 % al 50 %.

Se asume que, al elegir el material matriz del n3cleo as3 como la sustancia vol3til de tal manera que el material portador de la primera capa no confluyente se adhiera solo a mol3culas de la sustancia vol3til expuestas en la superficie del n3cleo, se obtiene un n3cleo que solo est3 cubierto por una cantidad de peque1a a mediana del material portador de la primera capa no confluyente. Si, por ejemplo, la sustancia vol3til o tambi3n una mezcla de sustancias vol3tiles, preferiblemente, son l3quidas a una temperatura ambiente de 20 ± 5 °C, el material portador de la primera capa no confluyente queda unido por puentes l3quidos a regiones del material del n3cleo que exponen la o las sustancias vol3tiles en la superficie. Sorprendentemente, no se producir3 una uni3n entre el material matriz y el material portador y, por tanto tampoco tendr3 lugar una cobertura del material del n3cleo en regiones sin ninguna sustancia vol3til en la superficie, de manera que se obtiene una part3cula con un n3cleo y al menos una capa no confluyente que cubre como m3ximo el 50 % del n3cleo, especialmente como m3ximo el 25 % y lo m3s preferiblemente, como m3ximo el 15 % de la superficie del n3cleo. Preferiblemente, se obtiene una part3cula con una cobertura superficial media por la capa no confluyente del 2 % al 25 % y lo m3s preferiblemente del 3 % al 15 %.

Las part3culas obtenidas pueden usarse en nutrici3n, por ejemplo para la introducci3n de cualquier aroma en piensos o alimentos, o para la adici3n de ingredientes activos vol3tiles a productos farmac3uticos o piensos y alimentos. Naturalmente, es posible usar las part3culas como tales como aditivo para alimentos o piensos, mezclando las mismas en el pienso o en las mezclas previas de pienso o en productos alimenticios preparados como, por ejemplo, chicles. Adem3s, pueden usarse para introducir aromas en art3culos de tocador, en l3quidos y/o polvos de limpieza y lavado, pero tambi3n como agente de curaci3n y/o auxiliar en distintos productos.

Preferiblemente, el n3cleo contiene del 3 % en peso al 50 % en peso, preferiblemente del 5 % en peso al 40 % en peso y a3n m3s preferiblemente del 10 % en peso al 30 % en peso de sustancias vol3tiles, con respecto a la masa total del n3cleo. Al elegir la cantidad de la sustancia vol3til en este intervalo, es posible obtener una part3cula con n3cleo estable que contiene una cantidad de la sustancia vol3til que est3 unida fijamente al n3cleo, especialmente adsorbida o absorbida en la superficie del material del n3cleo o, tambi3n, integrada en el material matriz que forma el n3cleo, y la sustancia vol3til puede estar unida tambi3n al material de la capa no confluyente y, por consiguiente, puede evitarse cualquier p3rdida, especialmente cualquier evaporaci3n de la sustancia vol3til durante cualquier procesamiento posterior de la part3cula.

Pueden obtenerse excelentes resultados si la al menos una sustancia vol3til contenida en el n3cleo tiene preferiblemente una presi3n de vapor a 125 °C de entre 30 mmHg (40,00 hPa) y 70 mmHg (93,33 hPa). Las presiones de vapor se calculan mediante la ecuaci3n de Antoine y las constantes obtenidas de Yaws, C. L. y Satyro, M. A., "Chapter 1 - Vapor Pressure - Organic Compounds", en "The Yaws Handbook of Vapor Pressure (Second Edition) Antoine Coefficients", Elsevier B.V. (2015) p3gs. 1-314, ISBN: 978-0-12-802999-2. Una fuente alternativa de obtenci3n de las constantes de Antoine puede ser Dykyj, J., Svoboda, J., Wilhoit, R. C., Frenkel, M. y Hall, K. R., "Chapter 2 Organic Compounds, C1 to C57 Part 2", en "Vapor Pressure and Antoine Constants for Oxygen Containing Organic Compounds", Springer Materials (2000) p3gs. 111-205. ISBN: 978-3-540-49810-0. En caso de que c3lculos diferentes de la presi3n de vapor produzcan resultados contradictorios, en esta memoria se prefiere que la presi3n de vapor de la al menos una sustancia vol3til en el n3cleo est3 preferiblemente en el intervalo que se extiende desde la presi3n de

vapor del D-limoneno (CAS-n.º: 5989-27-5) hasta la presión de vapor del eugenol (CAS-n.º: 97-53-0), más preferiblemente en el intervalo que se extiende desde la presión de vapor del linalool (CAS-n.º: 78-70-6) hasta la presión de vapor de la D-carvona (CAS-n.º: 2244-16-8).

5 Sorprendentemente, tales sustancias pueden ser retenidas en el núcleo de la partícula por la capa no confluyente unida a la superficie del núcleo. Se asume que la capa no confluyente elegida es capaz de atraer a las moléculas que se evaporan de la sustancia volátil y fijarlas mediante una unión física, con lo que se evita la evaporación de las moléculas volátiles contenidas en el núcleo fuera de la partícula.

10 Al seleccionar la al menos una sustancia volátil contenida en el núcleo de entre un aceite esencial o un extracto vegetal, en que ambos se preparan preferentemente a partir de una planta seleccionada del grupo del orégano, tomillo, gaulteria, comino, menta, menta piperita, anís, naranja, limón, hinojo, anís estrellado, clavo, canela y ajo, o de entre un ingrediente, un componente o un compuesto del aceite esencial o el extracto vegetal, que también puede derivarse de una producción sintética o biotecnológica, seleccionado preferiblemente del grupo del D-limoneno, γ -terpineno, *p*-cimeno, 2-careno, óxido de linalool, isomentona, alcanfor, linalool, terpinen-4-ol, 2-isopropil-1-metoxi-4-metilbenceno, L-mentol, etilamina, α -terpineol, β -cariofileno, D-carvona, salicilato de metilo, α -cariofileno, acetato de lavandulilo, 15 óxido de cariofileno, eugenol, timol y carvacrol, las tasas de recuperación de las sustancias volátiles son muy elevadas. La partícula que contiene una sustancia volátil como se define puede usarse especialmente como aroma en nutrición humana o animal, como agente antibacteriano, antiinflamatorio, anabólico, mejorador de la morfología, potenciador de la integridad intestinal, mejorador de la digestibilidad, modulador de la microbiota intestinal y de apoyo de la salud intestinal, como potenciador de la digestibilidad para permitir mejorar la utilización del pienso y el ahorro de nutrientes; 20 como herramienta para reducir la evaporación y mejorar la estabilidad térmica de la partícula que contiene sustancias volátiles, especialmente aceites esenciales, durante el acondicionamiento, la peletización, la extrusión o cualquier proceso de secado, tal como el secado por pulverización y/o el secado por rodillos y/o la pasteurización de piensos y alimentos; como agente de prevención y/o curación para humanos o animales que padecen enfermedades relacionadas con el aparato digestivo, tales como diarrea, enteritis intestinal, etc., como aromas para chicles para mejorar la sensación refrescante del chicle, como aromas para artículos de tocador para reforzar su efecto aromático en cualquier tipo de artículos de tocador tales como gel de ducha, champú, pasta de dientes, desodorantes, etc., como aromas y sustancias con eficacia antibacteriana en formulaciones de limpieza y lavado basadas en una disolución líquida y/o seca y muchas otras aplicaciones.

30 En esta memoria, los aceites esenciales se definen como sustancias que se preparan según al menos un procedimiento descrito en la Farmacopea Europea, 8.ª edición, suplemento 8.0/2098.

En esta memoria, los extractos vegetales se definen como sustancias que se preparan según al menos un procedimiento descrito en la Farmacopea Europea, 8.ª edición, suplemento 8.5/0765.

Todos los compuestos mencionados pueden ser de origen natural, sintético o biotecnológico.

35 Preferiblemente, la sustancia volátil, o también una mezcla de distintas sustancias volátiles, contenidas en el núcleo son líquidas a una temperatura de 20 ± 5 °C, con lo que se asegura que la sustancia volátil en el núcleo forma una capa no confluyente con el al menos un material portador de la capa no confluyente. Además, es posible que la sustancia volátil sea una sustancia organolépticamente activa, tal como una sustancia olfativamente activa que influye en el olor, una sustancia gustativamente activa que influye en el sabor o una sustancia que influye a la vez en el olor y el sabor como aromas o sabores.

40 Es posible que la sustancia volátil sea un compuesto alifático, un éster, un ácido, un alcohol, un aldehído, una cetona o derivados de los mismos, especialmente un terpeno tal como terpenos de cadena abierta, terpenos cíclicos, monoterpenos o sesquiterpenos; especialmente una lactona como γ -octalactona, γ -nonalactona, γ -decalactona o γ -undecalactona.

45 La sustancia volátil puede ser también un compuesto aromático, especialmente un derivado de ácido benzoico, un derivado de fenol, un derivado de fenilpropano o un derivado de cumarina.

50 Las partículas que, según un desarrollo adicional de la invención, tienen un diámetro del núcleo de entre 50 μm y 1.000 μm , preferiblemente entre 100 μm y 300 μm y aún más preferiblemente entre 175 μm y 225 μm , son suficientemente pequeñas para su mezcla y distribución uniforme en productos líquidos, pastosos o también sólidos como polvos o gránulos. Por consiguiente, es posible usar solo pequeñas cantidades de la partícula en productos para obtener el efecto elegido, que es un aumento de la recuperación de las sustancias volátiles en el núcleo, preferiblemente de más del 10 %, más del 20 %, más del 30 % o más del 50 %. Por ejemplo, es posible añadir la partícula en cantidades incorporadas de 0,01 a 7 kg por 1.000 kg y/o 1.000 l a agentes de prevención y/o curación para humanos o animales, en cantidades incorporadas de 0,01 g a 10 kg por 1.000 kg y/o 1.000 l a aromas para la nutrición humana o animal o también se añade en cantidades de 10 g a 10 kg por tonelada a pienso/sustitutos de 55 leche en polvo y/o por 1.000 l de agua/leche en pienso o sustitutos de leche, y también al agua.

Una partícula estable y duradera se caracteriza especialmente porque el núcleo contiene preferiblemente del 50 % en peso al 85 % en peso y aún más preferiblemente del 58 % en peso al 70 % en peso del material matriz, con respecto a la masa total del núcleo. Al proporcionar un núcleo que contiene hasta el 85 % en peso de material matriz, es posible

ajustar la durabilidad y la compacidad del núcleo según las necesidades respectivas y, al mismo tiempo, controlar la cobertura obtenida con la capa no confluyente. Cuanto más material matriz hay presente en el núcleo, menor es la cobertura de dicho núcleo por la capa no confluyente.

5 Pueden obtenerse resultados especialmente buenos si el al menos un material matriz del núcleo se selecciona de entre triglicéridos hidrogenados, preferiblemente triglicéridos vegetales como aceite de palma, aceite de girasol, aceite de maíz, aceite de colza, aceite de cacahuete o aceite de soja, o de entre ceras, preferiblemente cera de candelilla o cera de carnauba. Al elegir el material del núcleo de entre los materiales listados anteriormente, es posible integrar la sustancia volátil en el material matriz y al mismo tiempo proporcionar un núcleo sólido o semisólido, de tal manera que la cobertura de este núcleo por el material portador se traducirá en una capa de recubrimiento no confluyente del portador.

10 Para obtener un núcleo más estable, preferiblemente hasta el 20 % en peso del al menos un material matriz se sustituye por al menos un texturizante seleccionado del grupo de los polímeros tales como proteínas, preferiblemente proteína de suero, proteína de maíz, proteína de trigo, proteína de colza y proteína de guisante, polisacáridos tales como celulosas, almidones y pectina; montmorillonitas; estearatos; sulfatos y silicatos, preferiblemente sílice precipitada. Al incorporar el texturizante en el núcleo, es posible acrecentar adicionalmente la estabilidad de la partícula como tal y, al mismo tiempo, aumentar adicionalmente la retención de la sustancia volátil en el material del núcleo de la partícula. Al incorporar un texturizante en el núcleo, pueden conseguirse mayores cantidades de sustancias volátiles, de hasta el 40 % en peso y más, en dicho núcleo.

15 Para obtener una capa no confluyente capaz de aumentar aún más la tasa de recuperación de las sustancias volátiles en el núcleo, la invención se desarrolla adicionalmente de manera que el material portador de la capa no confluyente comprenda al menos una sustancia hidrófoba. Al añadir al material portador al menos una sustancia hidrófoba que preferiblemente es semisólida o líquida a la temperatura de la mezcla de la sustancia hidrófoba y el material portador, es posible obtener un material para la capa no confluyente que todavía es pulverulento y se asemeja al material del núcleo sin ser idéntico al mismo. Preferiblemente, la al menos una sustancia hidrófoba se selecciona por tanto de entre un aceite esencial o un extracto vegetal, en que ambos se preparan preferentemente a partir de una planta seleccionada del grupo del orégano, tomillo, menta o menta piperita, o de entre un ingrediente, un componente o un compuesto del aceite esencial o el extracto vegetal, que también puede derivarse de una producción sintética o biotecnológica, seleccionado preferiblemente del grupo de los monoterpenos, preferiblemente α -terpineno, linalool, geraniol, mentol, citronelal, carvona y mentona; sesquiterpenos, preferiblemente farnesol, farneseno, α -bisabolol y α -cariofileno; y compuestos aromáticos, preferiblemente carvacrol, timol, cinamaldehído, anetol y eugenol. Al añadir sustancias hidrófobas al vehículo, es posible incorporar mayores cantidades de sustancias volátiles como aceites esenciales en la totalidad de la partícula y especialmente en la capa no confluyente, con lo que pueden obtenerse partículas con una cantidad en exceso de la sustancia volátil. En muchas aplicaciones, por ejemplo, como aditivo para alimentos o piensos, la cantidad de aromas será esencial para obtener un producto funcional y apetitoso y por tanto, puede ser útil tener una capa no confluyente que también contenga aromas.

20 Sorprendentemente, se encontró que la adherencia de la capa no confluyente al núcleo no se ve adversamente afectada si el portador de la capa no confluyente contiene al menos el 100 % en peso, preferiblemente al menos el 150 % en peso, más preferiblemente al menos el 220 % en peso y lo más preferiblemente al menos el 400 % en peso de la sustancia hidrófoba, con respecto a la masa del material portador sin la al menos una sustancia hidrófoba. El efecto conseguido es que la cantidad total de sustancias hidrófobas en la partícula aumenta, lo que se traduce en un producto que, por ejemplo, tiene un mayor contenido de aromas, lo que, por ejemplo, ayuda a enmascarar sustancias de mal sabor contenidas en el núcleo o también en el producto al que se añaden las partículas.

25 Para obtener una mayor duración del almacenamiento de las partículas, según la presente invención, es posible rodear la partícula de al menos una capa confluyente. Una capa confluyente semejante puede tener un grosor de no más de 100 μm , preferiblemente no más de 50 μm , más preferiblemente no más de 20 μm y lo más preferiblemente no más de 10 μm , con lo que se obtienen partículas que son suficientemente pequeñas para usarlas en numerosas aplicaciones, tales como en medicina, aplicaciones en piensos o alimentos como aromas o también como sustancias con eficacia antibacteriana en formulaciones de limpieza y lavado basadas en una disolución líquida y/o seca. Además, la capa confluyente puede comprender al menos un materia de recubrimiento y opcionalmente al menos un ingrediente activo o también un material de recubrimiento y un aroma.

30 Una capa confluyente semejante puede consistir en cualquier material que sea conveniente y es preferiblemente una capa hidrófoba en la que el material de recubrimiento se selecciona preferiblemente del grupo de los triglicéridos vegetales hidrogenados, preferiblemente aceite de palma, aceite de girasol, aceite de maíz, aceite de colza, aceite de cacahuete y aceite de soja; ceras, preferiblemente cera de candelilla y cera de carnauba; aceites esenciales, preferiblemente monoterpenos, preferiblemente limoneno, α -terpineno, linalool, geraniol, mentol, citronelal, carvona y mentona; sesquiterpenos, preferiblemente farnesol, farneseno, α -bisabolol y α -cariofileno; y compuestos aromáticos, preferiblemente carvacrol, timol, cinamaldehído, anetol y eugenol. De este modo, es posible obtener partículas con una superficie hidrófoba que pueden usarse preferiblemente en entornos hidrófobos. Por ejemplo, un recubrimiento hidrófobo, puede conferir un grado de resistencia a la disolución en un entorno acuoso y se traduciría en un producto que podría estar protegido en su paso a través del aparato digestivo superior, por ejemplo, el estómago de los animales monogástricos o el rumen de los animales rumiantes.

De la misma manera, es posible preparar partículas con un recubrimiento consistente en una capa confluyente hidrófila en la que el material de recubrimiento se selecciona preferiblemente del grupo de los biopolímeros, preferiblemente carbohidratos como almidón o ciclodextrina y polietilenglicol; hidrocoloides, preferiblemente carragenano, alginatos y goma arábica; gluten de trigo; sales, preferiblemente cloruros, nitratos, fosfatos y sulfatos, más preferiblemente sulfato de sodio y sulfato de amonio. Estas partículas pueden usarse en un entorno especialmente hidrófilo y muestran un largo tiempo de almacenamiento. Un recubrimiento hidrófilo puede conferir resistencia al acondicionamiento al vapor y la peletización cuando tales partículas se incorporan en el pienso animal.

La invención también tiene como objetivo un proceso para preparar una partícula que contiene al menos una sustancia volátil, que comprende las etapas de:

(i) formar una masa fundida de al menos un material matriz, en donde el material matriz se selecciona del grupo de las grasas, triglicéridos hidrogenados y ceras que son sólidos o semisólidos a 20 °C y 1 atmósfera (1.013,25 hPa), en donde la al menos una sustancia volátil tiene una presión de vapor a 125 °C de entre 10 mmHg (13,33 hPa) y 200 mmHg (266,64 hPa),

(ii) formar una mezcla de masa fundida que comprende una emulsión, dispersión, disolución o suspensión de la al menos una sustancia volátil en la masa fundida, mediante su incorporación en dicha masa fundida,

(iii) formar núcleos discretos de la mezcla de masa fundida, en donde los núcleos contienen del 30 % en peso al 97 % en peso de material matriz, con respecto a la masa total del núcleo,

(iv) enfriar los núcleos discretos,

(v) mezclar los núcleos con al menos un material portador que contiene opcionalmente al menos una sustancia hidrófoba, para formar así una primera capa no confluyente, en donde el material portador es un material inorgánico con una estructura porosa y un D_{50} de 1 a 300 μm , en donde el núcleo tiene un cobertura superficial media por la capa no confluyente del 1 % al 50 %,

(vi) rodear opcionalmente la partícula con al menos una capa confluyente y/u otra u otras capas no confluentes,

en lo que la presencia de la primera capa no confluyente aumenta la recuperación de la sustancia volátil en el núcleo durante la granulación o la fluidización.

Con un proceso semejante, es posible obtener partículas muy pequeñas que contienen en su núcleo al menos una sustancia volátil. La evaporación de esta sustancia volátil del núcleo se evita fijando a la superficie del núcleo una capa no confluyente que comprende al menos un material matriz. Las etapas del proceso para obtener esta partícula son muy sencillas y no se necesitan dispositivos costosos ni complicados para la preparación de la partícula. No obstante, con este proceso, es posible obtener una partícula que muestra las ventajas descritas anteriormente.

Pueden obtenerse resultados especialmente buenos si el núcleo se obtiene por técnicas de encapsulación en matrices, preferiblemente mediante enfriamiento por pulverización. Las técnicas de enfriamiento por pulverización aplicables se describen en detalle en Gouin, S. (2004) "Microencapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends", Trends Food Sci. Technol. 15, 330-347 y en el documento WO 99/61145 "Method and apparatus for forming an encapsulated product matrix". Al usar una técnica semejante, es posible preparar núcleos que contienen hasta el 50 % en peso de una sustancia volátil, y los núcleos obtenidos pueden procesarse adicionalmente, especialmente recubrirse con la capa no confluyente, sin ningún cambio significativo en su temperatura.

Para conseguir una capa no confluyente que no cubra más del 50 %, especialmente no más del 25 % y preferiblemente no más del 15 % de la superficie del núcleo, el proceso puede llevarse a cabo de tal manera que el material del núcleo se mezcle por agitación, removiendo lentamente o por circulación en un recipiente para lotes, a una temperatura de 20 °C \pm 5 °C, con el material portador. Con un proceso semejante, es posible formar puentes líquidos entre la sustancia volátil contenida en el núcleo y el material portador contenido en la capa no confluyente. Aunque no existe una unión química entre el núcleo y la capa no confluyente, dicha capa no confluyente no puede separarse fácilmente del núcleo después de haberse formado sobre el mismo. Por consiguiente, el presente proceso es económico y al mismo tiempo muy eficiente para la preparación de la partícula según la presente invención.

Para obtener una protección adicional del núcleo que contiene y/o comprende una sustancia volátil, se aplica una capa confluyente mediante una tecnología de recubrimiento adecuada, preferiblemente recubrimiento en lecho fluidizado, a la partícula que contiene el núcleo y la capa no confluyente. Las técnicas de recubrimiento en lecho fluidizado aplicables se describen en detalle en Nienow, A. W. (1995) "Fluidised bed granulation and coating: applications to materials, agriculture and biotechnology", Chem. Eng. Comm. 139, 233-253, o en la publicación WO 03/033125 "Process for the production or coating of granules, apparatus for carrying out the process, and granules obtainable thereby".

Debe señalarse que como se usa en esta memoria, las formas singulares "un", "uno/a" y "el/la" incluyen referencias al plural y viceversa, a menos que el contexto indique claramente lo contrario. Así, por ejemplo, una referencia a "una partícula" o "un proceso" incluye una o más de tales partículas o procesos, respectivamente, y una referencia al "proceso" incluye etapas y procesos equivalentes que podrían modificarse o sustituirse, conocidos por los expertos en

la técnica. De forma similar, por ejemplo, una referencia a “partículas”, “procesos” o “sustancias volátiles” incluye “una partícula”, “un proceso” o “una sustancia volátil”, respectivamente.

5 A menos que se indique lo contrario, el término “al menos” delante de una serie de elementos debe entenderse como referente a todos los elementos de la serie. Los expertos en la técnica reconocerán o serán capaces de determinar usando solo experimentación rutinaria numerosos equivalentes de las realizaciones específicas de la invención descritas en esta memoria. Se prevé que tales equivalentes sean abarcados por la presente invención.

El término “y/o” dondequiera que se use en esta memoria incluye el significado de “y”, “o” y “todos o cualquier otra combinación de los elementos conectados por dicho término”. Por ejemplo, A, B y/o C significa A, B, C, A + B, A + C, B + C y A + B + C.

10 El término “aproximadamente” como se usa en esta memoria significa dentro del 20 %, preferiblemente dentro del 10 % y más preferiblemente dentro del 5 % de un valor o un intervalo dados. También incluye el número concreto, p. ej., aproximadamente 20 incluye 20.

El término “más de” incluye el número concreto. Por ejemplo, más de 20 significa ≥ 20 .

15 A lo largo de esta especificación y las reivindicaciones u objetos, a menos que el contexto exija lo contrario, se entenderá que la palabra “comprender” y variaciones como “comprende” y “que comprende” implican la inclusión de un número entero (o etapa) o un grupo de números enteros (o etapas) indicados. No excluye ningún otro número entero (o etapa) ni grupo de números enteros (o etapas). Cuando se usa en esta memoria, el término “que comprende” puede sustituirse por “que contiene”, “que está compuesto por”, “que incluye”, “que tiene” o “que lleva”. Cuando se usa en esta memoria, el término “que consiste en” excluye cualquier número entero o etapa no especificado en la reivindicación/objeto. En cada caso en esta memoria, cualquiera de los términos “que comprende”, “que consiste esencialmente en” y “que consiste en” puede sustituirse por cualquiera de los otros dos términos.

20 Debe entenderse que esta invención no se limita a la metodología, protocolos, material, reactivos y sustancias, etc. particulares descritos en esta memoria. Las terminologías usadas en este documento solo tienen el propósito de describir realizaciones particulares y no pretenden limitar el alcance de la presente invención que se define únicamente por las reivindicaciones/objetos.

25 Para clarificar adicionalmente las partículas, así como los procesos para la obtención de las mismas, la invención se describe a continuación por medio de figuras y ejemplos.

En este caso:

La figura 1 consiste en la figura 1A y la figura 1B, en donde

30 la figura 1A muestra la sección transversal a través de una partícula obtenida mediante el ejemplo 1a, que tiene un núcleo (A) y una capa no confluyente (B);

la figura 1B muestra la sección transversal a través de una partícula obtenida mediante el ejemplo 1b, que tiene un núcleo (A) y una capa no confluyente (B).

La figura 2 consiste en la figura 2A y la figura 2B, en donde

35 la figura 2A muestra la sección transversal a través de una partícula obtenida mediante el ejemplo 1a; se representan el diámetro del núcleo y la longitud de partículas de material portador seleccionadas;

la figura 2B muestra la sección transversal a través de una partícula obtenida mediante el ejemplo 1b; se representan el diámetro del núcleo y la longitud de partículas de material portador seleccionadas.

40 La figura 3 muestra la sección transversal de partículas que tienen un núcleo (A) y una capa no confluyente (B) que está rodeada por una capa confluyente (C).

Ejemplo 1

En los ejemplos 1a-c) se describe la producción de partículas que consisten en un núcleo que comprende una sustancia volátil y una capa no confluyente a escala de laboratorio.

Ejemplo 1a

45 1) Generación del núcleo

i) Generación de una masa fundida de un material matriz

Se fundió aceite de girasol hidrogenado (AGH) (CAS-n.º: 69002-71-1; ADM Sio; VGB5ST; p. f.: 33-70 °C; copos blancos a 20 °C) en un recipiente de acero inoxidable a una temperatura de fusión de 85 °C. Una cantidad de 600 g de AGH se vertió en una botella de vidrio de 2 l. La botella de vidrio se puso en un agitador magnético y la temperatura

se mantuvo a 85 °C. Removiendo, se mezclaron 100 g de un texturizante (silicato precipitado hidrófobo; Sipernat®D17; CAS-n.º: 68611-44-9; D₅₀ = 10 µm) con el AGH fundido.

ii) Incorporación de una sustancia volátil en la masa fundida

5 Tan pronto como el silicato precipitado hidrófobo se hubo disuelto por completo, se añadieron 300 g de una mezcla de sustancias volátiles (1) consistente en el 44 % en peso de carvacrol sintético (CAS-n.º: 499-75-2), el 47 % en peso de aceite de comino (CAS-n.º: 8000-42-8) y el 9 % en peso de aceite de orégano (CAS-n.º: 862374-92-3). Esta adición redujo la temperatura de la masa fundida a aproximadamente 60 °C. La masa fundida final contiene el 60 % en peso de aceite de girasol hidrogenado (CAS-n.º: 69002-71-1), el 10 % en peso del texturizante (CAS-n.º: 68611-44-9) y el 30 % en peso de sustancias volátiles.

10 iii) Formación de núcleos discretos a partir de la mezcla de masa fundida

15 La mezcla se recalentó a 80 °C y se bombeó a través de una manga a la conexión para el fluido de pulverización de un disco giratorio (corriente de fluido; 5,7 l/h). El fluido de pulverización se define como la mezcla de masa fundida que forma el núcleo. El disco giratorio es un disco orientado horizontalmente con surcos finos en su superficie. El material líquido (p. ej., la masa fundida) que fluye sobre la superficie del disco en rotación forma pequeñas gotas al salir por sus bordes. La rotación del disco giratorio (3.275 rpm) hizo que mezcla de material saliera del disco en forma de pequeñas gotas. El disco giratorio se monta dentro de una torre de granallado, que es un espacio (largo x ancho x alto: 90 x 70 x 200 cm) en el que se instala el disco giratorio.

iv) Enfriamiento de los núcleos discretos

20 El enfriamiento se consiguió manteniendo la torre de granallado a un máximo de 30 °C, una temperatura a la que las gotas de la masa fundida se endurecen automáticamente. Al alcanzar el fondo de la torre de granallado, las gotas ya se habían endurecido y se había formado un polvo (D₅₀ = aproximadamente 200 µm). En lo que sigue, este polvo se denomina núcleo.

2) Generación de la capa no confluyente

25 Como material portador para la capa no confluyente se usó silicato precipitado (Sipernat®22S; CAS-n.º: 112926-00-8; D₅₀ = 13,5 µm; superficie específica = 190 m²/g).

3) Aplicación de la capa no confluyente al núcleo

El producto de la etapa 1) (1.000 g) se introdujo en la cámara de mezcla de un dispositivo mezclador (utensilio de cocina). Removiendo a la velocidad mínima (40 rpm), se mezclaron 37,5 g del material portador de la etapa 2) con el núcleo hasta que todos los grumos visibles se dividieron y la mezcla de material fue homogénea.

30 Ejemplo 1b

1) Generación del núcleo: véase la etapa 1) del ejemplo 1a.

2) Generación de la capa no confluyente

35 Se pesaron 37,5 g de silicato precipitado (Sipernat®22S; CAS-n.º: 112926-00-8; D₅₀ = 13,5 µm; superficie específica = 190 m²/g) en la cámara de mezcla de un utensilio de cocina. Removiendo, se pipetearon en el silicato 75 g de una sustancia hidrófoba, aceite de menta (CAS-n.º: 90063-97-1). Los materiales se mezclaron con el dispositivo mezclador a 40 rpm, la velocidad mínima del utensilio de cocina, hasta que dejaron de verse grumos húmedos o sustancia hidrófoba libre. En lo que sigue, el silicato precipitado que contiene al menos una sustancia hidrófoba, p. ej., un aceite esencial, se denomina: capa no confluyente cargada.

3) Aplicación de la capa no confluyente cargada sobre el núcleo

40 El producto de la etapa 1) (1.000 g) se introdujo en la cámara de mezcla del utensilio de cocina. Removiendo a la velocidad mínima, la capa no confluyente cargada de la etapa 2) (112,5 g) se mezcló con el núcleo hasta que todos los grumos visibles se dividieron y la mezcla de material fue homogénea.

Ejemplo 1c

1) Generación del núcleo: véase la etapa 1) del ejemplo 1a

45 2) Generación de la capa no confluyente

50 Se pesaron 37,5 g de silicato precipitado (Sipernat®22S; CAS-n.º: 112926-00-8; D₅₀ = 13,5 µm; superficie específica = 190 m²/g) en la cámara de mezcla de un utensilio de cocina. Se pesaron 37,5 g de una sustancia hidrófoba, mentol cristalino (CAS-n.º: 2216-51-5), en un vaso de precipitados y se fundieron a temperatura moderada (40-45 °C). La boca del vaso de precipitados se cubrió con papel de aluminio para evitar la evaporación del mentol. Removiendo a la velocidad mínima, el mentol fundido se vertió sobre el silicato precipitado y se mezcló con este hasta que dejaron de

verse grumos húmedos o mentol libre.

3) Aplicación de la capa no confluyente cargada sobre el núcleo

5 El producto de la etapa 1) (1.000 g) se introdujo en la cámara de mezcla del utensilio de cocina. Removiendo a la velocidad mínima, la capa no confluyente cargada de la etapa 2) (75 g) se mezcló con el núcleo hasta que todos los grumos visibles se dividieron y la mezcla de material fue homogénea.

Posteriormente a la etapa 3), los ejemplos 1a-c se investigaron mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) para determinar si la estructura de un núcleo rodeado por una capa no confluyente era factible (figuras 1A y 1B).

Como alternativa a la mezcla de sustancias volátiles (1) descrita en el ejemplo 1a, las mezclas de sustancias volátiles siguientes pueden usarse también de manera ilustrativa dentro del alcance de la invención:

10 (2): 30 % en peso de aceite esencial de naranja; 70 % de aceite esencial de anís

(3): 13 % en peso de aceite de orégano; 58 % en peso de aceite de tomillo; 29 % en peso de aceite de comino

(4): 51 % en peso de aceite de menta piperita; 10 % en peso de aceite de mejorana; 16 % en peso de aceite de clavo; 23 % en peso de aceite de anís estrellado

15 (5): 67 % en peso de aceite de menta; 2 % en peso de aceite de gaulteria; 22 % en peso de L-carvona; 9 % en peso de salicilato de metilo

(6): 100 % en peso de aceite de orégano

(7): 45 % en peso de aceite de corteza de canela; 9 % en peso de *trans*-cinamaldehído; 18 % en peso de aceite de clavo; 6 % en peso de eugenol; 2 % en peso de β -cariofileno; 20 % en peso de aceite de naranja

(8): 17 % en peso de carvacrol; 78 % en peso de timol; 5 % en peso de D.carvona

20 (9): 17 % en peso de aceite de ajo; 80 % en peso de aceite de hinojo; 3 % en peso de *trans*-anetol

(10): 41 % en peso de aceite de menta piperita; 34 % en peso de aceite de clavo; 25 % en peso de timol

(11): 100 % en peso de carvacrol

Ejemplo 2

25 La estructura de las partículas que comprenden un núcleo y una capa no confluyente se investigó mediante MEB. Para ello, las partículas se extendieron sobre una lámina de plástico (grosor aproximado 0,5 mm) y sobre ellas se vertió una resina epoxídica fundida. Cuando la resina se hubo endurecido, la lámina de plástico cubierta por las partículas y la resina se fijó con una grapa y se puso en el centro de un cilindro hueco ($d =$ aproximadamente 2,5 cm, $h =$ aproximadamente 1 cm). El cilindro se rellenó por completo nuevamente con la resina epoxídica. Tan pronto como la resina se hubo endurecido, se desprendió del cilindro y se fijó en una máquina trituradora. La muestra se trituró hasta
30 alcanzar un nivel en el que las partículas quedaron cortadas en capas. La sección transversal de las partículas individuales se analizó mediante MEB (Zeiss; Supra 35; Smart SEM V05.4). Esto reveló que todas las partículas descritas en el ejemplo 1 tenían una capa no confluyente en la superficie del núcleo como se muestra ilustrativamente en las figuras 1A y 1B.

Ejemplo 3

35 Sobre la base del análisis descrito en el ejemplo 2, pudo calcularse la cobertura superficial media de los núcleos por la capa no confluyente. Para ello se analizaron de 10 a 20 partículas de cada muestra/lote. La circunferencia de cada núcleo se calculó midiendo su diámetro y aplicando la fórmula $U = \pi \times d$, en donde U es la circunferencia, π es pi y d es el diámetro del núcleo. Se midió la longitud de todas las partículas de material portador de la capa no confluyente ($l_{1,2,3,\dots,n}$) que estaban unidas al núcleo (véanse las figuras 2A y 2B). La longitud de las partículas de material portador
40 se define como la longitud de la línea de contacto entre las partículas de material portador y el núcleo. La cobertura superficial de un núcleo en porcentaje (la cobertura del núcleo CN) por la capa no confluyente se calculó según la fórmula:

$$CN_{1,2,3,\dots,m} = \frac{\text{SUM}(l_{1,2,3,\dots,n})}{U} \times 100$$

45 La cobertura superficial media de los núcleos por la capa no confluyente se determinó midiendo la CN de 10 a 20 partículas de una muestra y calculando la media. A modo de ejemplo, se presenta el cálculo de la cobertura del núcleo para la partícula mostrada en la figura 2A:

$d_1 = 118,72 \mu\text{m}$ y $l_1 = 2,19 \mu\text{m}$, $l_2 = 3,53 \mu\text{m}$, $l_3 = 2,36 \mu\text{m}$, $l_4 = 6,45 \mu\text{m}$ y $l_5 = 5,92 \mu\text{m}$.

ES 2 758 516 T3

$$U = \pi \times d; U = \pi \times 118,72 \mu\text{m} = 372,97 \mu\text{m}$$

$$\text{SUM}(l_{1,2,3,4,5}) = 2,19 \mu\text{m} + 3,53 \mu\text{m} + 2,36 \mu\text{m} + 6,45 \mu\text{m} + 5,92 \mu\text{m} = 20,45 \mu\text{m}$$

$$\text{CN}_1 = \frac{\text{SUM}(l_{1,2,3,\dots,n})}{U} \times 100 = \frac{20,45 \mu\text{m}}{372,97 \mu\text{m}} \times 100 = 5,48 \%$$

5 Ejemplo 4

Se prepararon núcleos como se describe en el ejemplo 1a (en los lotes 5-7, los porcentajes en peso se han cambiado según la tabla 1). La capa no confluyente para los lotes 1, 5 y 6 se aplicó como se describe en el ejemplo 1a y en todos los demás lotes como se describe en el ejemplo 1b, pero en las cantidades que se indican en la tabla 1. Todos los lotes se analizaron mediante MEB con el método descrito en el ejemplo 2 y la cobertura superficial media se calculó según el ejemplo 3. Los resultados demostraron que la cobertura media del núcleo de una muestra aumenta al aumentar la cantidad de silicato precipitado cargado con una sustancia hidrófoba.

Tabla 1: Composición de las partículas y cobertura media del núcleo de la capa no confluyente

N.º de lote	Núcleo			Mezcla de sustancias volátiles (1) [% en peso]	Capa no confluyente		Cobertura media del núcleo [%]
	Material (AGH) [% en peso]	matriz [% en peso]	Texturizante [% en peso]		Material portador [% en peso]	Sustancia hidrófoba [% en peso]	
1	57,83		9,64	28,91	3,62	-	9,9
2	61,55		4,73	28,40	1,77	3,55	5,9
3	52,13		10,79	26,97	3,37	6,74	9,8
4	53,07		4,08	24,49	6,12	12,24	10,4
5	95,29		-	2,94	1,77	-	1,3
6	32,86		14,08	46,94	6,12	-	23,7
7	44,90		4,08	32,66	6,12	12,24	20,8

Ejemplo 5

15 Las partículas del ejemplo 4 se fluidizaron durante 20 minutos. Para ello, 150 g de cada lote se pusieron en la cámara de proceso de una planta de lecho fluidizado a escala de laboratorio (DMR, WFP-Mini) y el material se fluidizó con una temperatura del aire en el proceso de 27 °C y una corriente de aire de 10-15 m³/h (dependiendo de la fluidización de los núcleos) y una temperatura del producto de aproximadamente 28 °C. Como controles negativos se fluidizaron en las mismas condiciones núcleos con idéntica composición del núcleo pero sin la capa de protección no confluyente. Por tanto, se requirió un control para los lotes 1-4 y un control para cada uno de los lotes 5-7. Se analizaron las tasas de recuperación de cuatro compuestos volátiles presentes en la mezcla de sustancias volátiles (1) (véase la tabla 2).

20 Después de una fluidización de 20 minutos, se tomó una muestra de unos pocos gramos y el material se analizó para determinar el contenido de sustancias volátiles residuales mediante cromatografía de gases (CG). Para ello, se pesaron de 0,10 a 0,11 g de las partículas fluidizadas en un tubo de plástico de 2 ml. El peso exacto de la muestra se determinó mediante una balanza analítica (precisión de 0,0001 g) y se anotó. Se añadieron 1,5 ml de acetato de etilo (EtOAc) a las partículas y los tubos de plástico se cerraron. El material se agitó durante 10 minutos y después se centrifugó durante 10 minutos a 12.500 rpm. El sobrenadante se recogió en un tubo de plástico de 15 ml. Para liberar todo el material volátil de las partículas, esta etapa de extracción con EtOAc se realizó tres veces y los sobrenadantes se recogieron conjuntamente en el mismo tubo de plástico. Adicionalmente, se añadieron 100 µl del estándar interno (diciclohexilmetanol, CAS-n.º: 4453-82-1, aproximadamente 0,5 g/l) y el tubo de plástico se llenó hasta un volumen de 5 ml con EtOAc.

25 Para la medición cuantitativa del contenido de las sustancias volátiles después de una fluidización de 20 minutos, se usó un cromatógrafo de gases Shimadzu equipado con un inyector SSL y un detector FID (Shimadzu GC-2010 plus). La cámara de mezcla era recta, con lana de vidrio en la parte superior y el inyector se mantuvo a 250 °C. El volumen de inyección fue de 1 µl con una relación de división de 10. El gas portador fue helio (AlphaGaz 1, pureza del 99,999 %) y el flujo de gas fue de 1,6 ml en modo de flujo constante. La columna de separación fue una columna WAX polar con una longitud de 30 m, un diámetro interno de 0,25 mm y un grosor de película de 0,25 µm (Zebtron ZB-WAXplus, Phenomenex). El programa del horno comenzó con 60 °C durante 1 min y la temperatura se aumentó con una velocidad de 5 °C/min hasta 90 °C, de 7 °C/min hasta 200 °C y de 30 °C/min hasta 260 °C, que se mantuvo durante 7 min. La tasa de muestreo del detector FID fue de 20 Hz, el flujo de hidrógeno fue de 40 ml/min, el flujo de aire cero de 400 ml/min y el flujo de gas de reposición (He) de 30 ml/min y se mantuvo a 280 °C. Por consiguiente, 1 ml de la disolución descrita anteriormente se introdujo en un vial de CG. El vial se cerró con la tapa de rosca correspondiente y se puso en la bandeja del automuestreador. El análisis se inició mediante el software Labsolution. El análisis de los

datos se realizó con el programa de análisis cuantitativo MassHunter.

El contenido de sustancias volátiles de cada producto después de una fluidización de 20 minutos (CSV_{20min}) se comparó con el contenido de sustancias volátiles de la muestra original (CSV_{orig.}) sin fluidizar. La recuperación se calculó mediante la fórmula siguiente:

$$\text{Recuperación [\%]} = \frac{\text{CSV}_{20\text{min}}}{\text{CSV}_{\text{orig.}}} \times 100$$

p. ej. si:

$$\text{CSV}_{\text{orig.}} = 8,3 \text{ mg/g y } \text{CSV}_{20\text{min.}} = 8,0 \text{ mg/g}$$

la recuperación es:

$$\text{Recuperación} = \frac{\text{CSV}_{20\text{min}}}{\text{CSV}_{\text{orig.}}} \times 100 = \frac{8,0 \text{ mg/g}}{8,3 \text{ mg/g}} \times 100 = 96 \%$$

Tabla 2: Recuperación de sustancias volátiles después de 20 min [%]

N.º de lote	Linalool	Carvona	Timol	Carvacrol
1-4 - control	75	82	81	83
1	97	100	100	100
2	100	100	100	100
3	100	96	100	100
4	95	91	89	94
5 - control	74	75	77	79
5	95	90	95	94
6 - control	73	77	80	79
6	99	96	100	99
7 - control	71	80	78	79
7	97	98	100	100

Ejemplo 6

Se produjeron cinco lotes de partículas consistentes en un núcleo que comprendía una sustancia volátil y una capa no confluyente. Todos los núcleos se produjeron según el ejemplo 1a, aunque la cantidad de texturizante y AGH se adaptó según la tabla 3.

Tabla 3: Composición del núcleo

N.º de lote	Sustancia volátil en el núcleo [% en peso]	Material matriz (AGH) [% en peso]	Texturizante [% en peso]
1	30	58	12
2	30	65	5
3	30	68	2
4	30	69	1
5	30	70	-

Los núcleos se proveyeron de una capa no confluyente según el ejemplo 1b. Todos los lotes se fluidizaron durante 20 minutos en las mismas condiciones descritas en el ejemplo 5 y las tasas de recuperación de la sustancia volátil en el núcleo se determinaron mediante CG, según se describe en el ejemplo 5. En paralelo, se fluidizaron núcleos con las mismas composiciones que las que se muestran en la tabla 3, pero sin la capa no confluyente protectora de las sustancias volátiles en el núcleo, y se usaron como lotes de control negativo. La tabla 4 muestra las recuperaciones de compuestos individuales de las sustancias volátiles.

25

Tabla 4: Recuperación de sustancias volátiles [%]

N.º de lote	Linalool	Carvona	Timol	Carvacrol
1 - control	70	69	78	81
1	100	100	98	100
2 - control	72	78	72	82
2	100	100	100	100
3 - control	71	78	77	85
3	100	100	100	100
4 - control	78	75	79	84
4	100	100	100	100
5 - control	77	78	82	87
5	92	98	100	95

Ejemplo 7

5 Se produjeron partículas consistentes en un núcleo y una capa no confluyente. Todos los núcleos se produjeron según el ejemplo 1a, pero con diferentes materiales matriz (véanse los lotes 2-3 de la tabla 5). Para evaluar si el efecto protector de la capa no confluyente se ve afectado por el tipo de material matriz se usaron aceite de colza hidrogenado (CAS-n.º: 84681-71-0, ADM Sio; VGB6; p. f. 68-74 °C; copos blancos a 20 °C) y aceite de soja hidrogenado (CAS-n.º: 8016-70-4, ADM Sio; VGB4; p. f. 68-71 °C; copos blancos a 20 °C).

Tabla 5: Composición del núcleo en % en peso

N.º de lote	Sustancia volátil	Material matriz	Texturizante
1	30	60 aceite de girasol hidrogenado (AGH)	10
2	30	60 aceite de colza hidrogenado	10
3	30	60 aceite de soja hidrogenado	10

10

Los núcleos se proveyeron de una capa no confluyente según la ejecución descrita en el ejemplo 1b. Todos los lotes se fluidizaron en las mismas condiciones que se describen en el ejemplo 5 y la recuperación de la sustancia volátil del núcleo se determinó mediante CG, según se describe en el ejemplo 5. La tabla 6 muestra la recuperación de compuestos individuales seleccionados de la mezcla de sustancias volátiles.

15

Tabla 6: Recuperación de sustancias volátiles [%]

N.º de lote	Linalool	Carvona	Timol	Carvacrol
1	100	96	100	100
2	91	98	100	98
3	88	98	96	94

Ejemplo 8 - Composición del núcleo

20 Se produjeron cuatro lotes de partículas consistentes en un núcleo que comprendía una sustancia volátil y una capa no confluyente. Todos los núcleos se produjeron según el ejemplo 1b y se proveyeron de una capa no confluyente según la ejecución descrita en el ejemplo 1b. Para determinar si la concentración de la sustancia en el núcleo influye en el efecto protector de la invención, se usó para cada lote una concentración diferente de la sustancia volátil del núcleo. Las composiciones de los distintos núcleos se resumen en la tabla 7.

Tabla 7: Composición del núcleo en % en peso

N.º de lote	Sustancia volátil en el núcleo [% en peso]	Material matriz (AGH) [% en peso]	Texturizante
1	5	85	10
2	10	80	10
3	20	70	10
4	40	50	10

Los cuatro lotes se fluidizaron durante 20 minutos en las mismas condiciones que se describen en el ejemplo 5 y la recuperación de la sustancia volátil del núcleo se determinó mediante CG, según se describe en el ejemplo 5. La tabla 8 muestra la recuperación de compuestos individuales seleccionados de la mezcla de sustancias volátiles. El efecto protector de la capa no confluyente aumenta con el aumento de la concentración de la sustancia volátil en el núcleo.

5 Tabla 8: Recuperación de sustancias volátiles [%]

N.º de lote	Linalool	Carvona	Timol	Carvacrol
1 - control	65	71	83	88
1	92	88	100	98
2 - control	68	75	81	85
2	95	89	100	100
3 - control	61	69	80	82
3	100	100	100	100
4 - control	69	74	78	87
4	100	100	100	100

Ejemplo 9 - Volatilidad de las sustancias volátiles del núcleo

10 Se prepararon núcleos y capas no confluentes sobre los mismos como se describe para los lotes 1-4 y los controles 1-4 en el ejemplo 4. Todos los lotes se fluidizaron durante 20 minutos en las mismas condiciones que se describen en el ejemplo 5 y la recuperación de las sustancias volátiles del núcleo se determinó mediante CG, según se describe en el ejemplo 5.

Se analizaron las recuperaciones de trece compuestos seleccionados con presiones de vapor de entre 11,3 mmHg (15,07 hPa) y 185,8 mmHg (247,71 hPa) a 125 °C y estas se resumen en la tabla 9.

15 La comparación del control con el lote 1 muestra que la aplicación del portador (sin carga) como capa no confluyente tiene ya un efecto protector sobre las sustancias volátiles presentes en el núcleo. Los lotes 2-4 muestran que el material portador cargado ejerce una protección aún mejor sobre las sustancias volátiles integradas en el núcleo.

Tabla 9: Recuperación de sustancias volátiles [%]

	Recuperación de sustancias volátiles después de una fluidización de 20 minutos [%]					Presión de vapor calculada [mmHg (hPa) a 125 °C]
	Control	Lote 1	Lote 2	Lote 3	Lote 4	
D-Limoneno	5	11	16	16	24	185,8028 (247,7160)
γ- Terpineno	0	6	9	12	17	156,6294 (208,8214)
p-Cimeno	1	6	12	12	23	170,1698 (226,8738)
Alcanfor	66	83	89	97	90	67,8680 (90,4830)
Linaool	52	88	87	100	88	^a 73,1145 (97,4777)
Terpinen-4-ol	61	78	87	98	98	
α-Terpineol	55	88	89	100	96	36,7883 (49,0469)
β-Cariofileno	55	74	93	96	87	
D-Carvona	66	80	85	100	94	^a 29,0791 (38,7688)
α-Cariofileno	50	71	76	90	90	
Eugenol	81	87	99	99	98	11,2903 (15,0524)
Timol	81	89	98	98	93	19,2101 (25,6113)
Carvacrol	99	98	100	100	100	16,2002 (21,5984)

20 Las presiones de vapor se calcularon mediante la ecuación de Antoine, que describe la relación entre la presión de vapor y la temperatura para compuestos puros.

Ecuación de Antoine:

$$\log_{10}p=A-\frac{B}{C+T}$$

en donde:

p: presión de vapor del componente, mmHg

25 T: temperatura, °C

A, B, C: constantes de Antoine específicas de los componentes.

P. ej., cálculo de la presión de vapor del D-limoneno a 125 °C, con A = 7,06744, B = 1691,1486, C = 227,441

$$\log_{10}p = 7,06744 - \frac{1691,1486}{227,441 + 125}$$

$$\log_{10}p = 2,269052185$$

$$p = 10^{2,269052185} = 185,8028$$

5

10

Las constantes de Antoine pueden obtenerse de diferentes fuentes bibliográficas. Se prefiere obtenerlas de Yaws, C. L. y Satyro, M. A., "Chapter 1 - Vapor Pressure - Organic Compounds", en "The Yaws Handbook of Vapor Pressure (Second Edition) Antoine Coefficients", Elsevier B.V. (2015) págs. 1-314. ISBN: 978-0-12-802999-2. Una fuente alternativa puede ser Dykyj, J., Svoboda, J., Wilhoit, R. C., Frenkel, M. y Hall, K. R., "Chapter 2 Organic Compounds, C1 to C57 Part 2", en "Vapor Pressure and Antoine Constants for Oxygen Containing Organic Compounds", Springer Materials (2000) págs. 111-205. ISBN: 978-3-540-49810-0 (a), de la que se han obtenido las constantes para calcular la presión de vapor de linalool y carvona (véase la tabla 9). Para todas las demás sustancias, se han usado las constantes de Yaws y Satyro.

15

En caso de que cálculos diferentes de la presión de vapor produzcan resultados contradictorios, en esta memoria se prefiere que la presión de vapor de la al menos una sustancia volátil esté en el intervalo desde la presión de vapor del D-limoneno hasta la presión de vapor del eugenol, preferiblemente desde la presión de vapor del linalool hasta la presión de vapor de la D-carvona.

Ejemplo 10 - Capa confluyente

20

Se produjeron partículas de un núcleo que comprendía una sustancia volátil, una capa no confluyente y una capa de recubrimiento confluyente.

1) Generación del núcleo: véase 1) del ejemplo 1a

2) Generación de la capa no confluyente: véase 2) del ejemplo 1b

3) Aplicación de la capa no confluyente sobre el núcleo: véase 3) del ejemplo 1b

25

4) Rodear las partículas consistentes en un núcleo que comprende una sustancia volátil y una capa no confluyente con una capa confluyente

30

4a) Se pusieron 200 g de las partículas consistentes en un núcleo que comprendía una sustancia volátil y una capa no confluyente (véase el ejemplo 1b, etapa 2)) en la cámara de proceso de una planta de lecho fluidizado a escala de laboratorio (DMR; WFP-Mini). Las partículas se fluidizaron con una corriente volumétrica de aire de 10 m³/h. La temperatura del aire del inyector se aumentó ligeramente a 25 °C. La temperatura del producto fue de 29 °C durante todo el proceso. Después de una fluidización de 5 minutos se inició el proceso de recubrimiento, para lo cual se usó la boquilla pulverizadora en la posición de pulverización inferior (presión del aire de pulverización: 1 bar (1000 hPa); aire de limpieza de la boquilla 0,3 bar (300 hPa)). Como material de la capa confluyente se usó aceite de girasol hidrogenado puro (CAS-n.º: 68002-71-1) (70 g). El material de la capa confluyente se aspiró sin controlar la tasa de pulverización.

35

4b) Se pusieron 325 g de las partículas consistentes en un núcleo que comprendía una sustancia volátil y una capa no confluyente (véase el ejemplo 1c, etapa 2)) en la cámara de proceso de una planta de lecho fluidizado a escala de laboratorio (DMR; WFP-Mini). Las partículas se fluidizaron con una corriente volumétrica de aire de 10 m³/h. La temperatura del aire del inyector no se aumentó. La temperatura del producto fue de 23 °C durante todo el proceso. Después de una fluidización de 5 minutos se inició el proceso de recubrimiento, para lo cual se usó la boquilla pulverizadora en la posición de pulverización inferior (presión del aire de pulverización: 0,5 bar (500 hPa); aire de limpieza de la boquilla 0,2 bar (200 hPa). La capa de material confluyente se generó mezclando el material de recubrimiento (aceite de girasol hidrogenado (CAS-n.º: 68002-71-1, 116,82 g) con el ingrediente activo (mentol cristalino (CAS-n.º: 2216-51-5, 11,25 g). La capa de material confluyente se bombeó en el sistema. Para ello, la bomba peristáltica (Watson Marlow 323) se ajustó al valor 12. Cuando se finalizó la adición del material de la capa confluyente, el producto se fluidizó sin recubrirse durante otros 3 minutos.

40

45

Control)

50

Núcleos preparados en paralelo según se describe en el ejemplo 1a (núcleos sin la capa no confluyente) se rodearon de una capa confluyente. Para ello, se pusieron 200 g de los núcleos en la cámara de proceso de una planta de lecho fluidizado a escala de laboratorio (DMR; WFP-Mini). Las partículas pudieron fluidizarse con una corriente volumétrica de aire de 15 m³/h. La temperatura del aire del inyector se aumentó ligeramente a 25 °C. La temperatura del producto fue de 29 °C durante todo el proceso. Después de una fluidización de 5 minutos se inició el proceso de recubrimiento,

para lo cual se usó la boquilla pulverizadora en la posición de pulverización inferior (presión del aire de pulverización: 1 bar (1000 hPa); aire de limpieza de la boquilla 0,3 bar (300 hPa). Como material de recubrimiento de la capa confluyente se usó aceite de girasol hidrogenado puro (CAS-n.º: 68002-71-1) (70 g). El material de la capa confluyente se aspiró sin controlar la tasa de pulverización.

- 5 Se realizó un análisis de CG según se describe en el ejemplo 5 y se observó una tasa de recuperación de sustancias volátiles seleccionadas de al menos el 80 %.

Tabla 10: Recuperación de sustancias volátiles [%]

N.º de lote	Linalool	Carvona	Timol	Carvacrol
Control	66	78	83	82
4a	82	91	92	100
4b	80	93	92	96

Ejemplo 11

- 10 Se produjeron núcleos aplicando el mismo proceso que se describe en el ejemplo 1a, pero con una mezcla de sustancias volátiles diferente, en este caso el 10 % en peso de carvacrol sintético (CAS-n.º: 499-75-2), el 19 % en peso de timol sintético (CAS-n.º: 89-83-8), el 68 % en peso de D-carvona sintética (CAS-n.º: 2244-16-8) y el 3 % en peso de salicilato de metilo sintético (CAS-n.º: 119-36-8). La presión de vapor calculada del salicilato de metilo según el ejemplo 9 es de 31,7730 mmHg (42,36 hPa) a 125 °C.

- 15 El D₅₀ de los núcleos fue de 540 µm. El D₅₀ se define como el tamaño de partícula por debajo del cual están el 50 % de las partículas en una muestra. Los núcleos se proveyeron de una capa no confluyente que comprendía el 100 % en peso de mentol cristalino según se describe en el ejemplo 1c. Las partículas se rodearon de una capa confluyente según se describe en el ejemplo 10-4a.

- 20 Como control, se produjeron núcleos con un D₅₀ de 200 µm. El proceso fue el mismo que se describe en el ejemplo 1a. Los núcleos se proveyeron también de una capa no confluyente que comprendía el 100 % en peso de mentol cristalino según se describe en el ejemplo 1c y adicionalmente se rodearon de una capa confluyente según se describe en el ejemplo 10-4a.

Los resultados expuestos en la tabla 11 muestran que incluso con núcleos mayores y diferentes mezclas de aceites esenciales integradas en el núcleo, la máxima pérdida de sustancias volátiles del núcleo es del 11 %.

- 25 Tabla 11: Recuperación de sustancias volátiles después de aplicar una capa confluyente [%]

D ₅₀ del núcleo [µm]	Carvona	Salicilato de metilo	Timol	Carvacrol
200	100	91	94	100
540	100	89	93	100

Ejemplo 12

- 30 Se produjeron partículas que comprendían una sustancia volátil y una capa no confluyente según el ejemplo 1b, pero para la capa no confluyente se usaron materiales portadores diferentes. Los núcleos se dividieron en varios lotes. Cada uno de los lotes se proveyó de una capa no confluyente consistente en materiales portadores diferentes (véanse los lotes 1-8, tabla 12). Cada material portador se cargó con la máxima cantidad de la sustancia hidrófoba. En este caso, la "máxima cantidad" se define como la máxima concentración de la sustancia hidrófoba que puede cargarse en el material portador sin que se formen grumos húmedos pegajosos. La diferencia entre los diversos materiales portadores es su tamaño de partícula medio (D₅₀). Con todos los materiales portadores probados, la recuperación de todas las sustancias volátiles fue mayor del 80 % (véase la tabla 13).

- 35 La capacidad de absorción en % en peso dada en la tabla 12 se determinó visualmente. Para ello, se pesaron 20 g de cada material portador en un cuenco. La sustancia hidrófoba se añadió gota a gota, mientras se removía homogéneamente con una cuchara. La máxima capacidad de absorción se definió como el punto en el que la mezcla de material empezó a formar grumos húmedos. Se anotó el peso exacto de la sustancia hidrófoba que se había añadido hasta entonces.

- 40 Todos los lotes se fluidizaron durante 20 minutos en las mismas condiciones que se describen en el ejemplo 5 y la recuperación de las sustancias volátiles en el núcleo se determinó por CG según se describe en el ejemplo 5. La tabla 13 muestra la recuperación de compuestos individuales seleccionados de la mezcla de sustancias volátiles.

Tabla 12: Materiales portadores usados en los lotes 1-8

ES 2 758 516 T3

N.º de lote	Nombre del producto	del	D ₅₀ portador inerte [µm]	del	Superficie específica [m ² /g]	Densidad aparente [g/l]	Contenido de SiO ₂ [% en peso]	Capacidad de absorción [% en peso]
1	Cab-O-Sil MF5				192	30-150	>99,9	391
2	Syloid 3050	XDP	61,4		320	275	99,9	232
3	Perkasil 3000 PD	GT	12,9		164	70-80	98	292
4	Zeofree 5162		13		160	110	100	236
5	Hubersorb 600		6,7					226
6	Perkasil 660	SM	19,5		178		96,6	222
7	Tixosil 38AB		5-20		100-250		>96	205
8	Tixosil 43		10				97,5	206

Tabla 13: Recuperación de sustancias volátiles después de aplicar una capa confluyente [%]

N.º de lote	Carvona	Timol	Carvacrol	Linaool	Mentol
1	96	97	97	90	94
2	100	100	100	95	100
3	100	100	100	94	99
4	100	100	109	100	100
5	95	86	100	82	91
6	100	100	100	95	100
7	98	100	100	93	96
8	97	100	98	92	97

Ejemplo 13

- 5 Las partículas generadas en el ejemplo 10-4b se analizaron mediante MEB de la misma manera que se describe en el ejemplo 2. La imagen de la sección transversal a través de una de las partículas muestra las tres partes principales de las mismas, el núcleo (A), la capa de recubrimiento no confluyente unida a la superficie del núcleo (B) y la capa de recubrimiento confluyente (C) (figura 3).

REIVINDICACIONES

1. Una partícula que contiene al menos una sustancia volátil y que comprende

- (i) un núcleo que comprende al menos un material matriz y la al menos una sustancia volátil y
- (ii) al menos una capa de recubrimiento

5 caracterizada por que

- a) el material matriz se selecciona del grupo de las grasas, triglicéridos hidrogenados y ceras que son sólidos o semisólidos a 20 °C y 1 atmósfera (1.013,25 hPa),
- b) el núcleo contiene del 30 % en peso al 97 % en peso de material matriz, con respecto a la masa total del núcleo,
- 10 c) la al menos una sustancia volátil contenida en el núcleo tiene una presión de vapor a 125 °C de entre 10 mmHg (13,33 hPa) y 200 mmHg (266,64 hPa),
- d) una primera capa de recubrimiento es una capa no confluyente que comprende al menos un material portador,
- e) el material portador es un material inorgánico con una estructura porosa y un D₅₀ de 1 a 300 µm,
- f) el núcleo tiene una cobertura superficial media por la capa no confluyente del 1% al 50 %,

15 en donde, opcionalmente, la capa no confluyente contiene al menos una sustancia hidrófoba y, opcionalmente, la partícula está rodeada por al menos una capa confluyente y/u otra u otras capas no confluentes,

en donde la presencia de la primera capa no confluyente aumenta la recuperación de la sustancia volátil en el núcleo durante la granulación o la fluidización de la partícula.

20 2. La partícula según la reivindicación 1, caracterizada por que el núcleo contiene del 3 % en peso al 50 % en peso, preferiblemente del 5 % en peso al 40 % en peso y aún más preferiblemente del 10 % en peso al 30 % en peso de sustancias volátiles, con respecto a la masa total del núcleo.

3. La partícula según la reivindicación 1 o 2, caracterizada por que la al menos una sustancia volátil contenida en el núcleo tiene una presión de vapor a 125 °C de entre 30 mmHg (40,00 hPa) y 70 mmHg (93,33 hPa).

25 4. La partícula según la reivindicación 1, 2 o 3, caracterizada por que la al menos una sustancia volátil contenida en el núcleo se selecciona de entre un aceite esencial o un extracto vegetal, en que ambos se preparan preferentemente a partir de una planta seleccionada del grupo del orégano, tomillo, comino, menta, menta piperita, anís, naranja, limón, hinojo, anís estrellado, clavo, canela, gaulteria y ajo; o de entre un ingrediente, un componente o un compuesto del aceite esencial o el extracto vegetal seleccionado preferiblemente del grupo del *trans*-anetol, D-limoneno, γ-terpineno, *p*-cimeno, 2-careno, óxido de linalool, isomentona, alcanfor, linalool, terpinen-4-ol, 2-isopropil-1-metoxi-4-metilbenceno, L-mentol, etilamina, α-terpineol, β-cariofileno, D-carvona, salicilato de metilo, α-cariofileno, acetato de lavandulilo, óxido de cariofileno, eugenol, timol y carvacrol.

30 5. La partícula según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizada por que el núcleo tiene un diámetro de entre 50 µm y 1.000 µm, preferiblemente de entre 100 µm y 300 µm y aún más preferiblemente de entre 175 µm y 225 µm.

35 6. La partícula según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizada por que el núcleo contiene del 50 % en peso al 85 % en peso y aún más preferiblemente del 58 % en peso al 70 % en peso de material matriz, con respecto a la masa total del núcleo.

40 7. La partícula según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizada por que el al menos un material matriz se selecciona de entre triglicéridos hidrogenados, preferiblemente triglicéridos vegetales como aceite de palma, aceite de girasol, aceite de maíz, aceite de colza, aceite de cacahuete o aceite de soja, o de entre ceras, preferiblemente cera de candelilla o cera de carnauba.

45 8. La partícula según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizada por que el al menos un material matriz se sustituye por al menos un texturizante, preferiblemente seleccionado del grupo de los polímeros tales como proteínas, preferiblemente proteína de suero, proteína de maíz, proteína de trigo, proteína de colza y proteína de guisante, polisacáridos tales como celulosas, almidones y pectina; montmorillonitas; estearatos; sulfatos y silicatos, preferiblemente sílice precipitada, en donde hasta el 20 % en peso del al menos un material matriz se sustituye por el al menos un texturizante.

9. La partícula según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizada por que el núcleo tiene una cobertura superficial media por la capa no confluyente del 2 % al 25 % y lo más preferiblemente del 3 % al 15 %.

10. La partícula según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizada por que los materiales inorgánicos

ES 2 758 516 T3

tienen una estructura porosa con un D_{50} de 2 a 150 μm y más preferiblemente de 5 a 30 μm .

11. La partícula según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizada por que el material portador de la capa no confluyente comprende al menos una sustancia hidrófoba.

5 12. La partícula según la reivindicación 11, caracterizada por que el vehículo de la capa no confluyente contiene al menos el 100 % en peso, preferiblemente al menos el 150 % en peso, más preferiblemente al menos el 220 % en peso y más preferiblemente al menos el 400 % en peso de la al menos una sustancia hidrófoba semisólida o líquida, con respecto a la masa del material portador sin la al menos una sustancia hidrófoba semisólida o líquida.

10 13. La partícula según la reivindicación 11 o 12, caracterizada por que la sustancia hidrófoba se selecciona del grupo de los aceites esenciales, preferiblemente monoterpenos, preferiblemente α -terpineno, linalool, geraniol, mentol, citronelal, carvona, mentona, sesquiterpenos, preferiblemente farnesol, farneseno, α -bisabolol y α -cariofileno; y compuestos aromáticos, preferiblemente carvacrol, timol, cinamaldehído, anetol y eugenol.

14. La partícula según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, caracterizada por que la partícula está rodeada por al menos una capa confluyente.

15 15. Un proceso para preparar una partícula que contiene al menos una sustancia volátil, que comprende las etapas de:

(i) formar una masa fundida de al menos un material matriz, en donde el material matriz se selecciona del grupo de las grasas, triglicéridos hidrogenados y ceras que son sólidos o semisólidos a 20 °C y 1 atmósfera (1.013,25 hPa),

20 (ii) formar una mezcla de masa fundida que comprende una emulsión, dispersión, disolución o suspensión de la al menos una sustancia volátil en la masa fundida, mediante su incorporación en dicha masa fundida, en donde la al menos una sustancia volátil tiene una presión de vapor a 125 °C de entre 10 mmHg (13,33 hPa) y 200 mmHg (266,64 hPa),

(iii) formar núcleos discretos de la mezcla de masa fundida, en donde los núcleos contienen del 30 % en peso al 97 % en peso de material matriz, con respecto a la masa total del núcleo,

(iv) enfriar los núcleos discretos,

25 (v) mezclar los núcleos con al menos un material portador que contiene opcionalmente al menos una sustancia hidrófoba, para formar así una primera capa no confluyente, en donde el material portador es un material inorgánico con una estructura porosa y un D_{50} de 1 a 300 μm , en donde el núcleo tiene una cobertura superficial media por la capa no confluyente del 1 % al 50 %,

(vi) rodear opcionalmente la partícula con al menos una capa confluyente y/o otra u otras capas no confluentes,

30 en lo que la presencia de la primera capa no confluyente aumenta la recuperación de la sustancia volátil en el núcleo durante la granulación o la fluidización.

16. El proceso según la reivindicación 15, caracterizado por que el núcleo se obtiene por técnicas de encapsulación en matrices, preferiblemente mediante enfriamiento por pulverización.

35 17. El proceso según la reivindicación 15 o 16, caracterizado por que el material del núcleo se mezcla por agitación, removiendo lentamente o por circulación en un recipiente para lotes, a una temperatura de 20 °C \pm 5 °C, con el material portador.

18. El proceso según la reivindicación 15, 16 o 17, caracterizado por que la capa confluyente se aplica mediante una tecnología de recubrimiento adecuada, preferiblemente por recubrimiento en lecho fluidizado.

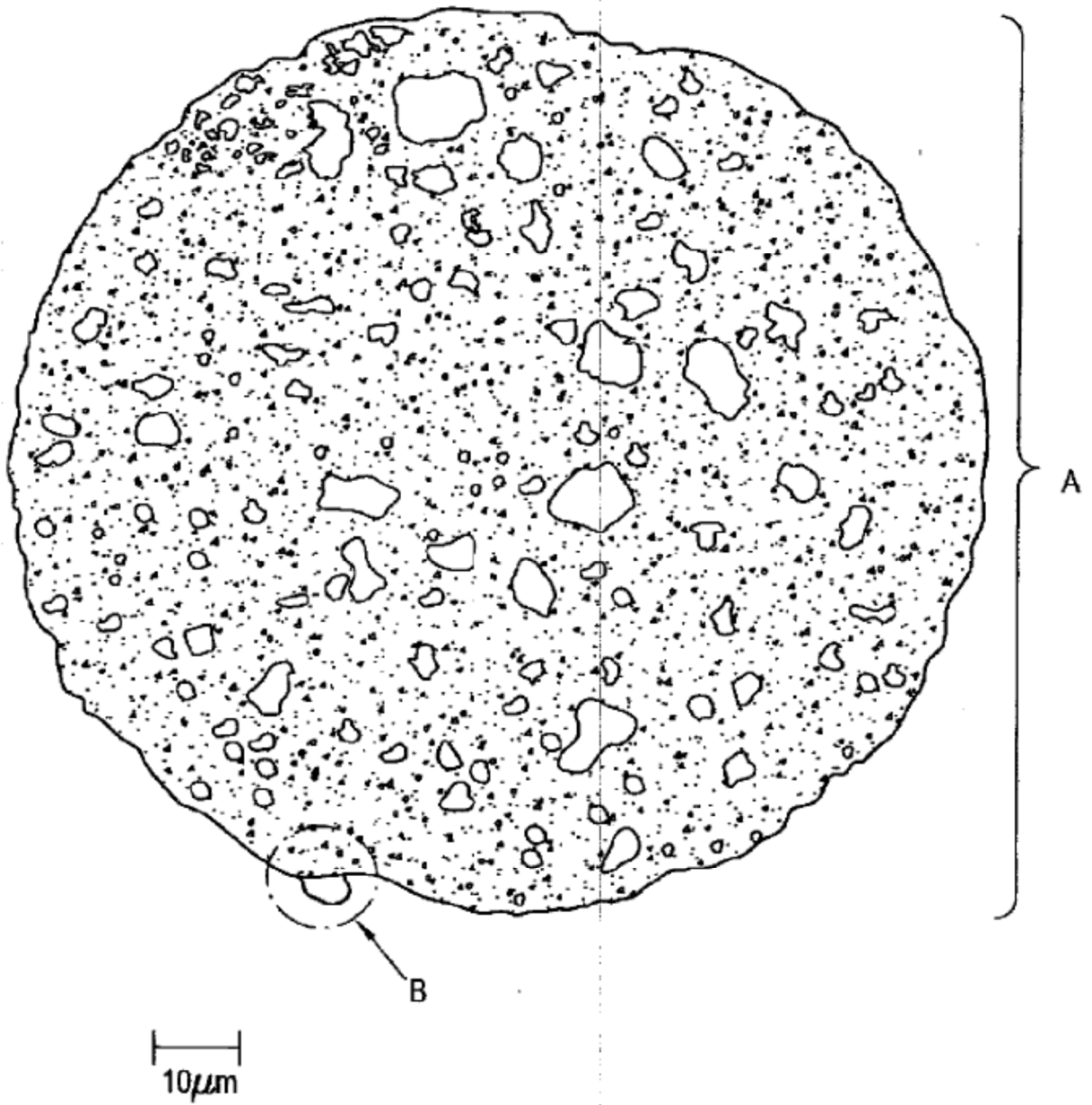


Fig. 1A

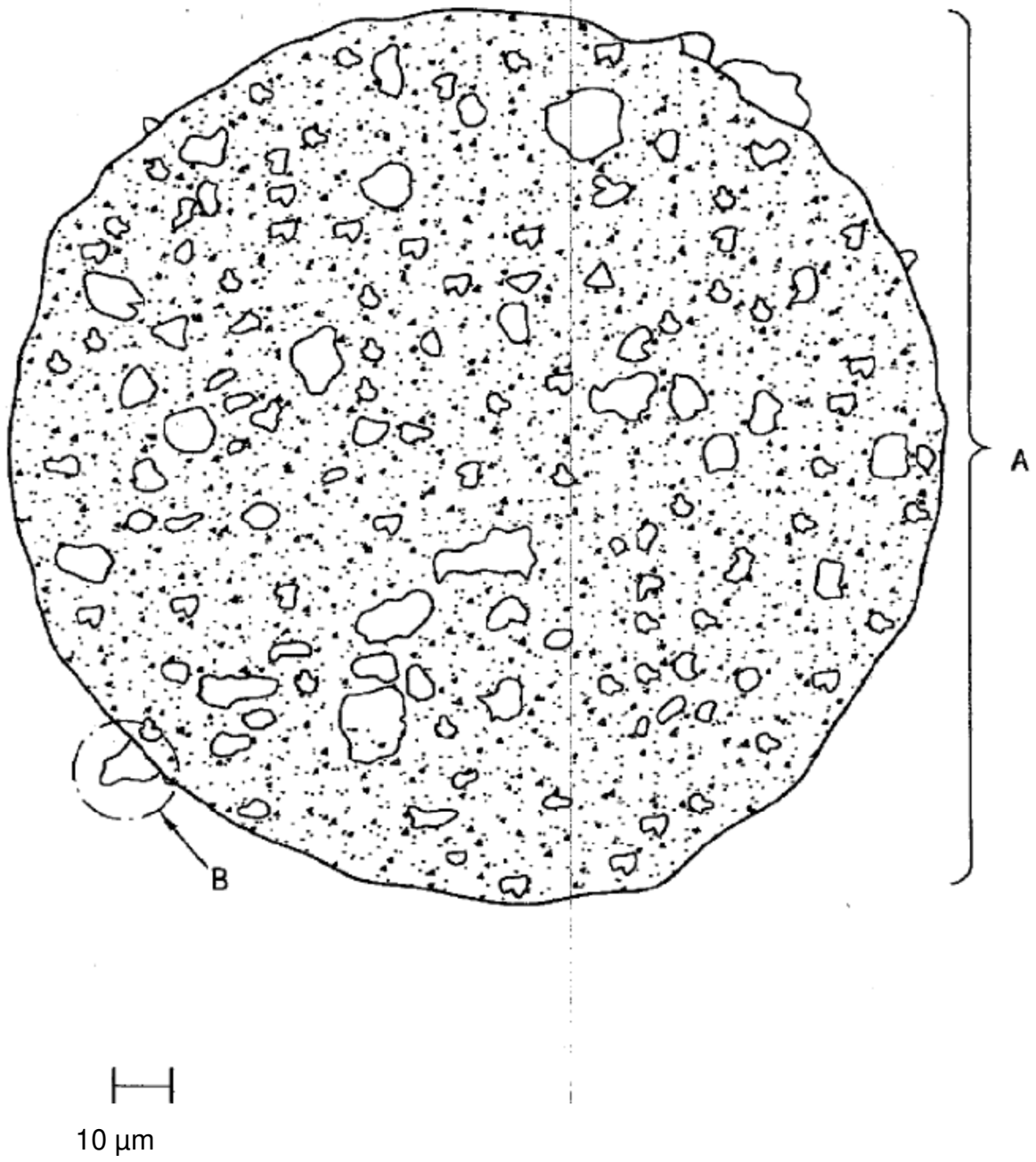


Fig. 1B

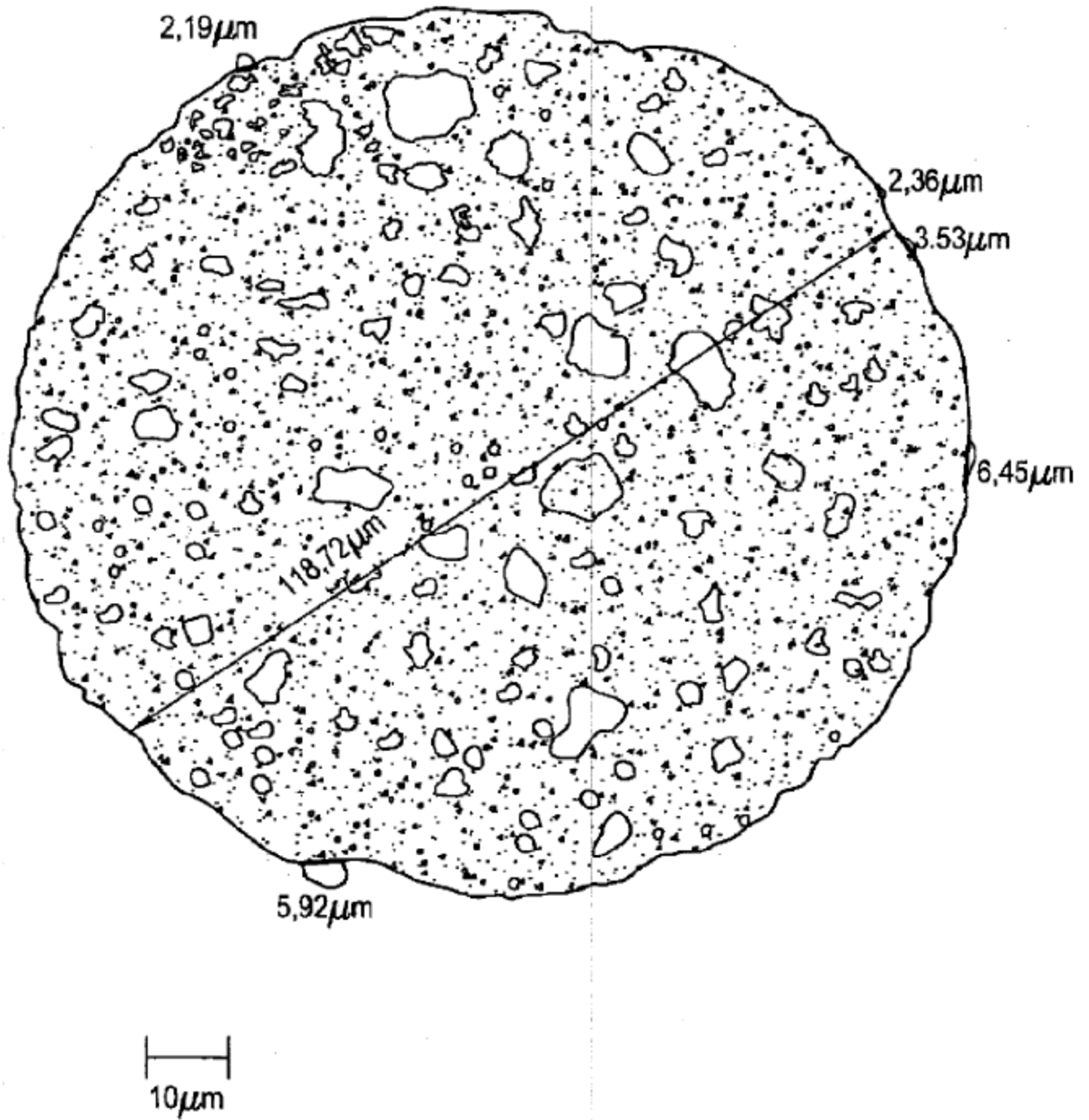


Fig. 2A

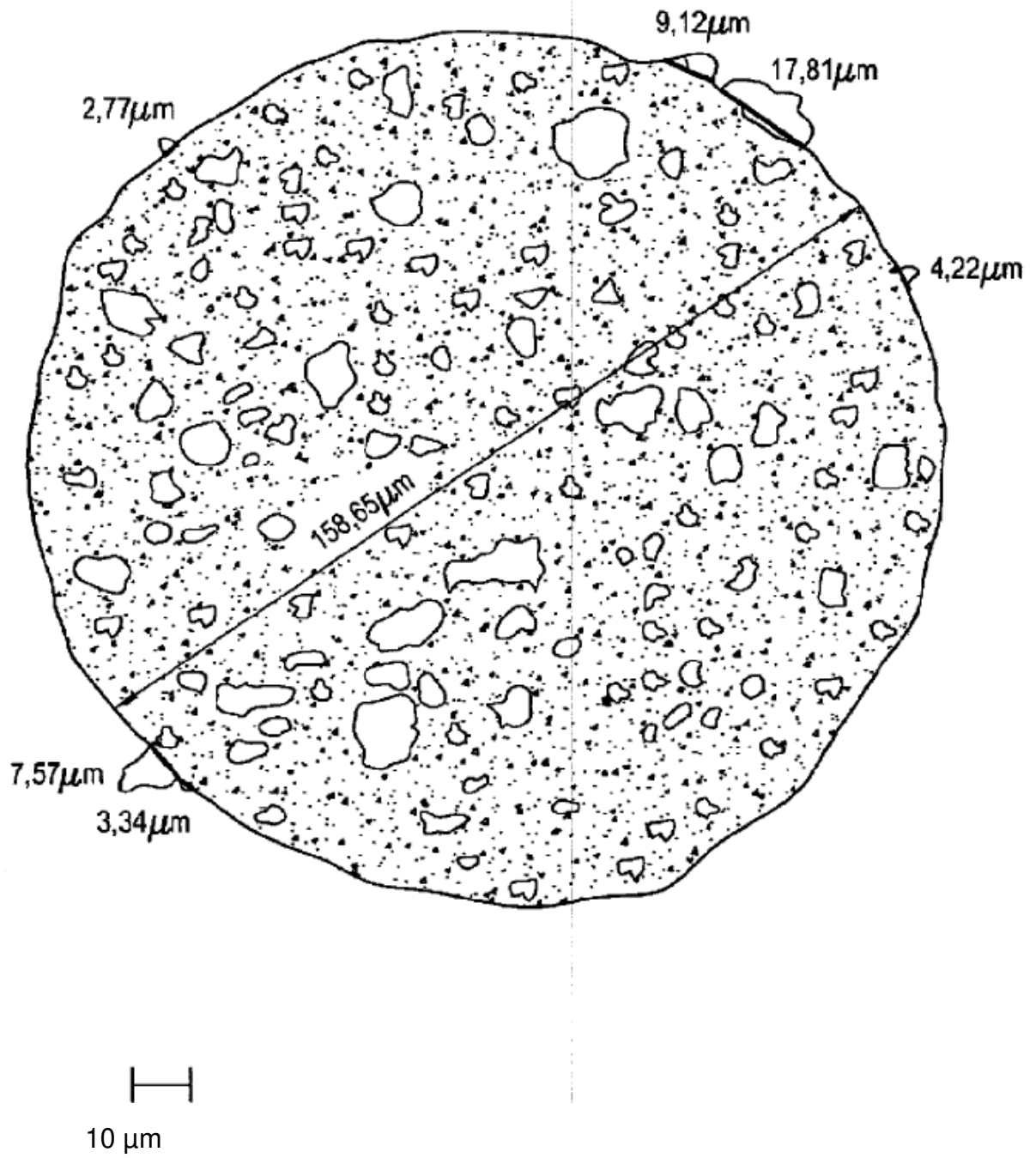


Fig. 2B

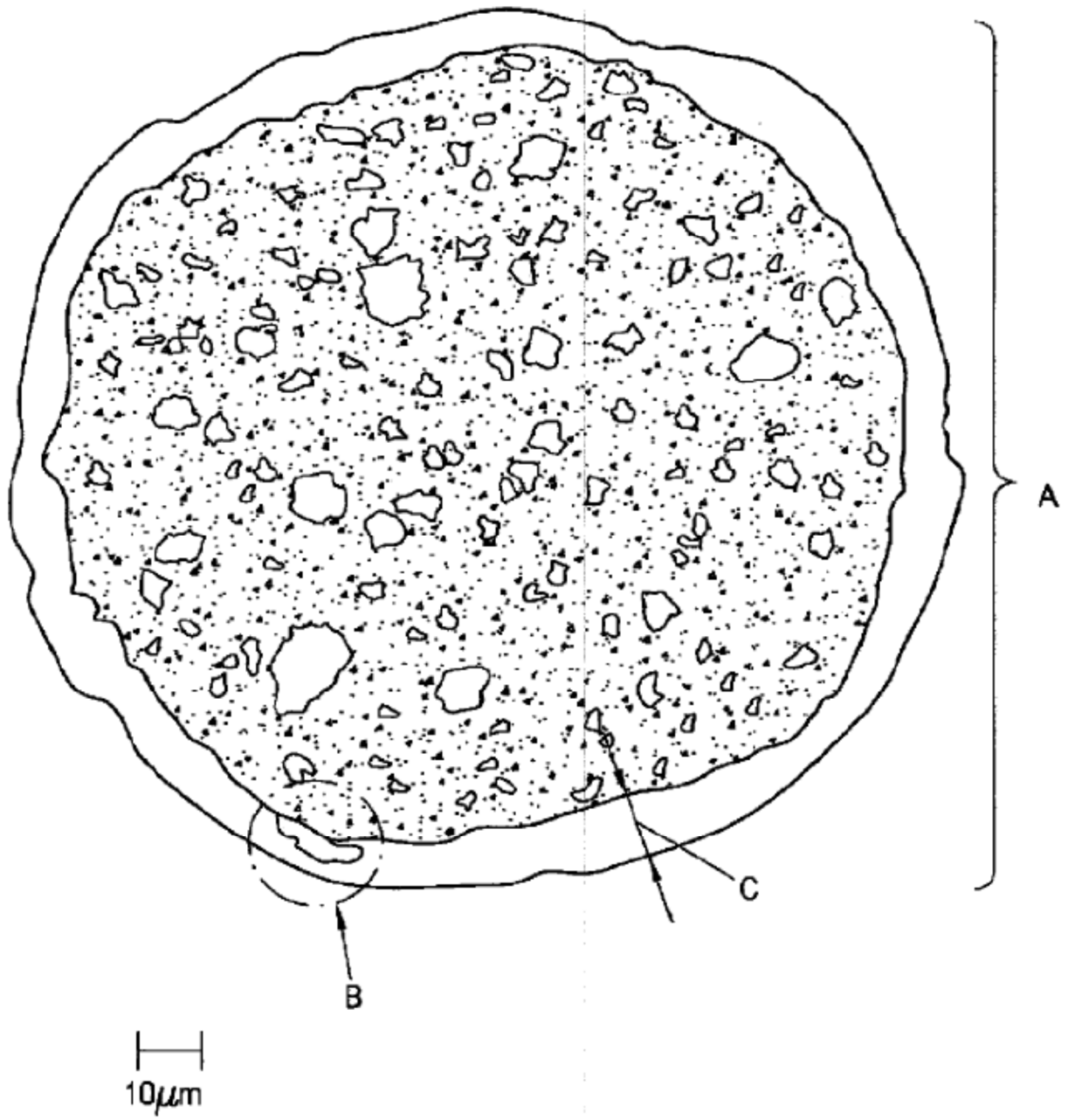


Fig. 3