

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 791 073**

51 Int. Cl.:

|                   |           |
|-------------------|-----------|
| <b>B29C 43/48</b> | (2006.01) |
| <b>C08J 5/18</b>  | (2006.01) |
| <b>C08L 3/00</b>  | (2006.01) |
| <b>A61J 3/07</b>  | (2006.01) |
| <b>A61K 9/48</b>  | (2006.01) |
| <b>B29C 43/00</b> | (2006.01) |
| <b>B29C 43/44</b> | (2006.01) |
| <b>C08L 3/02</b>  | (2006.01) |
| <b>C08L 3/04</b>  | (2006.01) |
| <b>C08L 3/08</b>  | (2006.01) |

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.03.2010 E 15166337 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.02.2020 EP 2921276**

54 Título: **Cápsula blanda a base de almidón, así como procedimiento y dispositivo para la fabricación de la misma**

30 Prioridad:  
**03.03.2009 CH 3242009**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**30.10.2020**

73 Titular/es:  
**INNOGEL AG (100.0%)  
Postfach 663 Bösch 71  
6331 Hünenberg, CH**

72 Inventor/es:  
**MÜLLER, ROLF y  
INNEREBNER, FEDERICO**

74 Agente/Representante:  
**ELZABURU, S.L.P**

**Observaciones:**

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes**

**ES 2 791 073 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

Cápsula blanda a base de almidón, así como procedimiento y dispositivo para la fabricación de la misma

La presente invención se refiere a un procedimiento, especialmente a un procedimiento de colada, para la fabricación de cápsulas blandas de almidón, a las cápsulas blandas resultantes del mismo, así como a un dispositivo para la fabricación de cápsulas blandas según la invención.

## Estado de la técnica

Las cápsulas blandas se usan, por ejemplo, para contener principios activos farmacéuticos, productos dietéticos y complementos alimenticios. Generalmente, la cubierta de las cápsulas blandas está constituida principalmente por gelatina, por lo que las cápsulas también se denominan frecuentemente cápsulas de gelatina blanda. Aunque se utiliza casi exclusivamente gelatina, esta sustancia presenta numerosas desventajas. La gelatina es un material de origen animal y, por tanto, con motivo de la crisis de la EEB fue objeto por primera vez de objeciones y crítica pública. Desde entonces se buscan intensamente alternativas basadas en plantas. Después de la crisis de la EEB, en el entorno de los escándalos cárnicos recurrentes siempre aparecen de nuevo nuevas objeciones y, en general, se reforzó la tendencia hacia soluciones vegetarianas. Por esto, las cápsulas de gelatina no son deseadas por los vegetarianos y son inaceptables por los veganos. Dado que la gelatina se obtiene en su mayor parte de residuos de matadero de cerdos, las cápsulas de gelatina no son, además, aceptables para consumidores que necesitan productos kosher o halal.

El sustituto para la gelatina deseado en el sector de las cápsulas blandas será preferiblemente de origen vegetal, hará posible cápsulas con la calidad conocida de la gelatina, la materia prima alternativa no debería ser más cara, el procedimiento no sería más complejo y la nueva tecnología no debería necesitar de grandes inversiones.

En la memoria de patente US 6.770.293 se proponen cubiertas de cápsulas blandas basadas en copolímeros de poliésteres vinílicos y poliésteres. Estos son, sin embargo, polímeros sintéticos. En el sector de la cápsula blanda existe, por el contrario, el deseo de sustituir la gelatina hasta ahora predominante por sustancias alternativas basadas en plantas.

En la memoria de patente US 5.342.626 se describe la fabricación de cápsulas blandas libres de gelatina que se basan en una mezcla con los constituyentes esenciales gellan, carragenina y manano. La mezcla descrita se comporta similarmente a la gelatina, de manera que a altas temperaturas es líquida y al enfriarse forma una película. También en la memoria de patente US 6.949.256 se describe la fabricación de cápsulas blandas libres de gelatina basadas en carragenina. Cápsulas blandas preparadas de esta manera se basan concretamente en materiales de partida vegetales, no obstante tienen la desventaja de que la carragenina es cara y está bajo sospecha de ser cancerígena. Además, las cápsulas blandas correspondientes solo pueden prepararse con un procedimiento sensible difícil debido a la alta viscosidad de la masa fundida y a la lenta velocidad de gelación de la carragenina y presentan propiedades claramente peores en comparación con las cápsulas blandas de gelatina.

Otro material para la fabricación de cápsulas blandas que procede de fuentes vegetales es el almidón. En el caso del almidón se trata de una materia prima claramente más barata que la gelatina. No obstante, los procedimientos de colada para la fabricación de cápsulas blandas de almidón a partir de soluciones acuosas de almidón están limitados por la necesaria baja proporción de almidón y alta proporción de agua de soluciones de este tipo. Mezclas de almidón desestructurado o disuelto se vuelven ya tan viscosas a normalmente el 5% de almidón que ya no son posibles al menos los sencillos procedimientos de colada. La causa es el peso molecular muy alto del almidón, que puede ascender a hasta 100.000.000 g/mol.

También pueden producirse por colada mezclas con almidón de mayores concentraciones hidrolizando dado el caso el almidón utilizado para que se reduzca el peso molecular y los granos de almidón se disuelvan por ebullición y/o cizallamiento. No obstante, en la colada puede no obtenerse gelación alguna, en su lugar la solución solidifica gradualmente mediante enfriamiento y secado lento, de manera que la tasa de producción se mantiene muy baja. Además, también se obtienen propiedades mecánicas peores de las cápsulas blandas, ya que las grandes macromoléculas del almidón influyen positivamente en las propiedades mecánicas. Por ejemplo, en el documento US 6.375.981 se describen cápsulas blandas de almidón hechas por colada. El almidón hidrolizado usado se hierve bajo condiciones que conducen a una destrucción completa de los granos de almidón.

No obstante, normalmente se obtienen cápsulas blandas de almidón mediante extrusión, para lo cual se necesitan caras prensas extrusoras. A este respecto, a partir del almidón normalmente presente en forma granular, a temperaturas de más de 100°C en la plastificación bajo la acción de energía mecánica en forma de cizallamiento se produce una masa fundida de almidón homogénea de alta viscosidad que se comprime a altas presiones a través de una boquilla con forma de ranura para generar inicialmente una película de almidón. Debido al elevado aporte de energía mecánica, el peso molecular del almidón se reduce claramente, lo cual es desventajoso para las propiedades mecánicas de la película y, además, las macromoléculas se orientan en la dirección longitudinal de la película en los procesos de flujo en la boquilla, de manera que la película es anisótropa, lo que es desventajoso para el procesamiento posterior. En la extrusión de películas de almidón, después del moldeo no tiene lugar gelación alguna, en su lugar la temperatura en la película disminuye después del moldeo, por lo que la resistencia de la

película aumenta algo. Esta película se procesa luego posteriormente en cubiertas para cápsulas blandas.

Las cápsulas blandas que se preparan a partir de películas de almidón homogéneas que se obtienen mediante extrusión se conocen, por ejemplo, por el documento EP 1 103 254 B1. Son complejas debido a las prensas extrusoras necesarias en la fabricación y las películas de almidón plastificadas son difíciles de soldar, por lo que se necesitan altas temperaturas de soldadura. Las cápsulas obtenidas presentan malas propiedades, especialmente son frágiles a baja humedad del aire.

Se consigue una desestructuración del almidón mediante calentamiento del almidón en un medio acuoso, aumentando la desestructuración al aumentar la temperatura. Si los granos de almidón se someten mecánicamente al mismo tiempo a fuerzas de cizallamiento, entonces a la misma temperatura se obtiene una mayor desestructuración. Si la cristalinidad de los granos de almidón se destruye sustancialmente, entonces bajas fuerzas de cizallamiento que aparecen, por ejemplo, en procesos de mezcladura y de flujo simples de mezclas de almidón ya son suficientes para elevar adicionalmente el grado de desestructuración y destruir sustancialmente los granos de almidón hinchados, pudiéndose reducir además claramente también el peso molecular de las macromoléculas de almidón. El grado de desestructuración puede subdividirse en las siguientes etapas:

15 Etapa 1: la cristalinidad del almidón está parcialmente destruida, al microscopio de polarización

Etapa 1.1: como máximo el 5% de los granos ya no son birrefringentes

Etapa 1.2: el 5 – 10% de los granos ya no son birrefringentes

Etapa 1.3: el 10 – 20% de los granos ya no son birrefringentes

Etapa 1.4: el 20 – 30% de los granos ya no son birrefringentes

20 Etapa 1.5: el 30 – 40% de los granos ya no son birrefringentes

Etapa 2: la cristalinidad del almidón está sustancialmente destruida, al microscopio de polarización

Etapa 2.1: el 40 – 50% de los granos ya no son birrefringentes

Etapa 2.2: el 50 – 60% de los granos ya no son birrefringentes

Etapa 2.3: el 60 – 80% de los granos ya no son birrefringentes

25 Etapa 2.4: el 80 – 100% de los granos ya no son birrefringentes

Etapa 3: como máximo el 5% de los granos son birrefringentes

Etapa 3.1: y el 1 – 10% de los granos se han reventado

Etapa 3.2: y el 10 – 20% de los granos se han reventado

Etapa 3.3: y el 20 – 30% de los granos se han reventado

30 Etapa 3.4: y el 30 – 50% de los granos se han reventado

Etapa 3.5: y el 50 – 70% de los granos se han reventado

Etapa 3.6: y el 70 – 100% de los granos se han reventado

Los granos de almidón reventados se caracterizan porque los granos de almidón presentan fisuras en la superficie y/o la superficie previamente relativamente lisa se ha deformado claramente (por ejemplo, superficie arrugada). Además de las partículas de almidón todavía presentes como granos enteros, también pueden existir partículas de almidón disgregadas en fragmentos. Sin embargo, los granos de almidón, como también los fragmentos, todavía pueden reconocerse como entidades

Etapa 4: no se observa birrefringencia, los granos de almidón están sustancialmente destruidos

40 Etapa 4.1: todavía se encuentran fragmentos de granos de almidón, el almidón se encuentra en su mayor parte disuelto

Etapa 4.2: el almidón se encuentra completamente disuelto

La expresión “almidón desestructurado” no se usa uniformemente en el mundo técnico. Como almidón desestructurado se designa aquí un almidón que se ha desestructurado como máximo hasta la Etapa 4.1, es decir, el almidón todavía se encuentra al menos parcialmente en forma de partículas.

45 Todas las cápsulas blandas de almidón, las cuales se prepararon a partir de soluciones de almidón degradado o

masas de almidón extrudidas, tienen en común que el peso molecular del almidón se redujo claramente y las partículas de almidón se destruyeron esencialmente por completo. Las cápsulas blandas según las publicaciones mencionadas US 6.375.981 y EP 1 103 254 B1 contienen en consecuencia esencialmente solo almidón de la Etapa de desestructuración 4.2

- 5 Es misión de la presente invención proporcionar una cápsula blanda a base de materias primas vegetales inocuas y favorables con buenas propiedades mecánicas que ha de prepararse de forma simple y rentable.

Preferiblemente, la cápsula blanda según la invención debería poder prepararse con el procedimiento de encapsulamiento estándar de "boquilla rotatoria".

- 10 Con el término cápsula blanda se designa tanto la cápsula blanda en conjunto, es decir, la cubierta de la cápsula blanda más el contenido, como la cubierta de la cápsula blanda sola y en el texto debe entenderse respectivamente en términos de significado la cápsula blanda en conjunto o bien la cubierta de la cápsula blanda.

### Descripción de la invención

- 15 Este objetivo se alcanza según la invención mediante un procedimiento para la fabricación de una cápsula blanda a base de almidón, especialmente mediante un procedimiento de colada, moldeando una mezcla que contiene almidón, en la que más del 50% en peso del almidón está presente en la fase líquida como partículas de almidón granular, en una película y durante y/o después de este moldeo, la mezcla solidifica mediante un aumento de la temperatura, especialmente de más de 5°C, y a partir de esta película se fabrican cápsulas blandas.

Este objetivo se alcanza preferiblemente mediante un procedimiento para la fabricación de una cápsula blanda a base de almidón, especialmente un procedimiento de colada, que comprende las siguientes etapas:

- 20 - Preparar una mezcla, que comprende:
- a) > 40% en peso de mezcla seca, después de retirar el plastificante, almidón, estando presente más del 50% en peso del almidón en la fase líquida como partículas de almidón granular,
  - b) 15 – 70% en peso de mezcla seca de plastificante,
  - c) 15 – 90% en peso de mezcla total de agua,
  - 25 d) dado el caso como máximo el 50% en peso de mezcla seca, después de retirar el plastificante, de un agente espesante,
- moldear la mezcla en una película en un proceso de moldeo,
- solidificar la mezcla mediante elevación de la temperatura de la mezcla durante y/o después del proceso de moldeo en más de 5°C, y
- 30 - moldear la película para formar una cápsula blanda que presenta partículas de almidón desestructurado.

- Según la invención, a este respecto, el peso molecular del almidón no se altera esencialmente. De esta manera son posibles propiedades mecánicas especialmente buenas de la película fresca, de la cápsula blanda fresca y de la cápsula blanda secada. Pero además, la estructura heterogénea del material también contribuye esencialmente a esto, presentando las partículas desestructuradas del almidón granular, formadas a la temperatura de solidificación, ya una cierta resistencia y elasticidad por sí mismas, lo que repercute ventajosamente en la manipulación de la película fresca y de las cápsulas blandas frescas, como también sobre las cápsulas blandas secadas.
- 35

En las reivindicaciones dependientes están contenidas formas de realización ventajosas de la invención.

- Para las buenas propiedades mecánicas de la película de almidón, el peso molecular del almidón y su proporción en la mezcla de partida deberán ser suficientemente grandes. La combinación inicialmente contradictoria de capacidad para ser colado, es decir, de baja viscosidad y alto peso molecular del almidón se consigue según la invención por el hecho de que el almidón en la mezcla de colada presenta partículas. Luego se determina la viscosidad de la mezcla principalmente por la viscosidad del agua y el plastificante y es correspondientemente baja. Así, por ejemplo, una mezcla de almidón con aproximadamente el 35% en peso de agua en total y el 35% en peso de glicerina, referido a la proporción de almidón, todavía puede colarse bien, incluso sin presión. Una mezcla de la misma composición, en la que, sin embargo, el almidón está presente antes del moldeo en forma desestructurada, disuelta o plastificada, presentaría una viscosidad al menos 1000 veces mayor, de más de 10.000 Pas. Para moldear una mezcla de este tipo en una película se necesitarían altas presiones, como pueden generarse, por ejemplo, por prensas extrusoras. Alternativamente, el contenido de agua de una mezcla de este tipo tendría que elevarse a aproximadamente el 95% para que la mezcla pudiera colarse sin presión. No obstante, después de la colada todavía estaría presente un líquido incluso con un aumento de temperatura posterior y no una película con propiedades mecánicas útiles que pudiera procesarse posteriormente para dar una cápsula blanda.
- 40
- 45
- 50

Si se calienta la mezcla de almidón, entonces tiene lugar un hinchamiento y desestructuración cada vez mayor de las partículas de almidón, incorporando las partículas agua y plastificante, hinchándose y pegándose juntas. Se obtiene un aglomerado o conglomerado de partículas, es decir, una estructura heterogénea constituida por una mezcla de partículas de almidón.

- 5 La solidificación de la mezcla colable, previamente de baja viscosidad, en un material sólido viscoelástico que puede caracterizarse por una propiedad de los sólidos típica tal como el módulo de elasticidad se realiza casi simultáneamente al aumento de la temperatura y se produce por el hecho de que desaparece la fase líquida de agua y plastificante, es decir, difunde en las partículas de almidón, dentro de las partículas de almidón se forma una estructura de red, es decir, una estructura de gel mediante el enmarañamiento de macromoléculas y las partículas se pegan entre sí. El pegado de las partículas puede incluso dado el caso modificarse mediante la adición de un espesante.

- 10 Por solidificación de la mezcla debe entenderse la solidificación primaria, teniendo lugar una desestructuración del almidón granular, es decir, una transformación de fase del almidón y modificándose las propiedades de la mezcla en órdenes de magnitud. Esta transformación de fase se muestra como la gelación de la masa de colada para formar una película sólida. Para esto, además del almidón, no se necesita agente de gelación alguno. Después de la solidificación primaria de la mezcla tiene lugar una solidificación secundaria, acompañada de una modificación gradual de las propiedades de la sustancia cuando se reduce la temperatura de la película que solidificó primariamente y/o su contenido de agua y/o utilizando una formación de red lenta del almidón que se induce por retrogradación, es decir, cristalización de las macromoléculas de almidón.

- 20 Según la invención, las mezclas de almidón con altas proporciones de almidón pueden procesarse en cápsulas blandas con procedimientos de colada sencillos. En comparación con una mezcla, en la que está presente la misma cantidad de almidón en forma disuelta, se obtienen menores viscosidades de la mezcla de órdenes de magnitud. La solidificación de la mezcla en un material de cápsula blanda isotrópico de alta elasticidad y alta extensibilidad se consigue mediante un aumento de temperatura. Es ventajoso que el peso molecular del almidón no se altere esencialmente en el procedimiento según la invención. Se prefiere el cociente  $M_w2/M_w1 > 0,3$ , todavía más preferido  $> 0,4$ , todavía más preferido  $> 0,5$ , todavía más preferido  $> 0,6$ , todavía más preferido  $> 0,7$ , todavía más preferido  $> 0,8$ , en el que  $M_w1$  es la media ponderal de la distribución de peso molecular del almidón utilizado y  $M_w2$  es la media ponderal de la distribución de peso molecular del almidón en la cápsula blanda preparada. Aquí debe añadirse que el peso molecular del almidón reacciona muy sensiblemente a la sollicitación mecánica. Así, por ejemplo, el peso molecular del almidón disuelto ya se reduce de forma medible mediante una mera agitación de la solución.

- 25 Las mezclas de almidón utilizadas según la invención pueden procesarse en cápsulas blandas de forma casi igual que en el caso del procedimiento de colada de gelatina. Esto es un requisito previo especialmente favorable para sustituir cápsulas blandas de gelatina, ya que pueden utilizarse las mismas instalaciones. La diferencia desde el punto de vista de la tecnología de procesos con las cápsulas blandas de gelatina radica esencialmente en que las masas fundidas de gelatina gelifican con el enfriamiento, mientras que la mezcla de almidón según la invención gelifica debido a un aumento de temperatura. Por tanto, las cápsulas blandas según la invención no solo tienen la calidad conocida de las cápsulas blandas de gelatina, sino que también el procedimiento hasta la fecha no es más complejo y la nueva tecnología no necesita grandes inversiones. Más bien se suprime incluso la compleja fabricación de la masa fundida de gelatina, o puede sustituirse por un sencillo proceso de mezcladura.

#### 40 Almidón

En principio, en lo referente al origen y procesamiento, pueden utilizarse almidones discrecionales o mezclas de los mismos. Pueden utilizarse, por ejemplo, en estado nativo, como también en estado física y/o químicamente/enzimáticamente modificados.

- 45 En lo referente al origen se prefieren almidones de raíces, tales como, por ejemplo, almidones de patata o almidones de tapioca, ya que estos presentan bajas temperaturas de gelatinización en comparación con almidones de otro origen y, por tanto, la solidificación o gelación de la masa de colada en películas para la fabricación de cápsulas blandas ya es posible a bajas temperaturas. Se prefiere especialmente almidón de tapioca. El almidón de tapioca es incoloro, insípido, presenta una transparencia muy buena y de los almidones de tapioca todavía no se conocen variantes genéticamente modificadas.

- 50 En una realización preferida, el almidón se utiliza en estado nativo, es decir, no modificado. Con esto pueden obtenerse buenas propiedades a bajos costes.

En otra forma de realización preferida se utilizan almidones sustituidos, tales como ésteres de almidón y éteres de almidón, tales como, por ejemplo, almidones hidroxipropilados o acetilados. Estas modificaciones conducen a una transparencia especialmente alta y a una alta extensibilidad de la película.

- 55 Alternativamente se utilizan almidones oxidados.

En otra forma de realización preferida se utilizan almidones reticulados, especialmente ésteres de almidón reticulados o bien éteres de almidón reticulados, por ejemplo, fosfatos de almidón y adipatos de almidón. Debido a la

5 elevación del peso molecular que va asociada a la reticulación se obtienen propiedades mecánicas mejoradas y los granos de almidón también se estabilizan mecánicamente como unidades, lo cual es especialmente ventajoso para el procedimiento, ya que así puede aumentarse la contribución de las partículas de almidón a las propiedades mecánicas de la película fresca, de la cápsula blanda fresca y de la cápsula blanda secada. En almidones altamente reticulados, el grano de almidón desestructurado forma prácticamente una molécula de peso molecular gigante y presenta una estabilidad especialmente alta.

En otra forma de realización preferida se utiliza almidón de tapioca sustituido, especialmente almidón de tapioca sustituido reticulado, tal como, por ejemplo, fosfato de almidón hidroxipropilado.

10 La media ponderal preferida de la distribución de peso molecular  $M_w$ 1 del almidón usado se encuentra al menos en 500.000 g/mol, con especial preferencia en al menos 1.000.000 g/mol, todavía más preferido en al menos 2.500.000 g/mol, todavía más preferido en al menos 3.000.000 g/mol, todavía más preferido en al menos 4.000.000 g/mol, todavía más preferido en al menos 5.000.000 g/mol, todavía más preferido en al menos 7.000.000 g/mol, de manera muy especialmente preferida en al menos 10.000.000 g/mol.

15 El contenido de amilosa de los almidones en % en peso es preferiblemente < 50, todavía más preferido < 40, todavía más preferido < 35, todavía más preferido < 30, todavía más preferido < 27, todavía más preferido < 25, de manera muy especialmente preferida < 20. Altos contenidos de amilosa conducen a una extensibilidad reducida de la película y las cápsulas blandas resultantes son de menor calidad en lo referente al brillo y la transparencia. Además, se empeoran sus propiedades de disgregación en medio acuoso.

20 Además, se prefieren almidones cerosos, especialmente almidones cerosos reticulados y/o sustituidos. Los almidones cerosos son ventajosos en lo que se refiere a la transparencia.

El contenido de amilosa de los almidones en % en peso es preferiblemente  $\geq 0$ , todavía más preferido > 0,3, todavía más preferido > 0,5, todavía más preferido > 0,7, todavía más preferido > 1, todavía más preferido > 2, de manera muy especialmente preferida > 3. Contenidos de amilosa demasiado bajos pueden conducir a una extensibilidad reducida de la película.

25 Además, se prefieren almidones con una temperatura de gelatinización < 90°C, con especial preferencia < 80°C, todavía más preferido < 75°C, todavía más preferido < 70°C, todavía más preferido < 67°C, de manera muy especialmente preferida < 65°C. La temperatura de gelatinización se determina mediante DSC (calorimetría térmica diferencial) como la temperatura pico al calentar con 10°C/min una mezcla de almidón/agua que contiene 65% en peso de agua. Al disminuir la temperatura de gelatinización se hace posible la solidificación de la película colada a menores temperaturas y, por tanto, tanto más fácil como también más rápida.

30 Más preferidos son los almidones con un equivalente de dextrosa (DE) de < 10, con especial preferencia < 1, lo más preferido < 0,7, todavía más preferido < 0,5, todavía más preferido < 0,2, todavía más preferido < 0,1, de manera muy especialmente preferida < 0,05. El equivalente de dextrosa de una mezcla de polisacáridos designa la proporción porcentual de azúcares reductores en la sustancia seca. Se corresponde con la cantidad de glucosa (= dextrosa) que tendría la misma capacidad de reducción por cada 100 g de sustancia seca. El valor DE es una medida de cómo de lejos ha llegado la degradación de polímeros, por tanto, los productos con bajo valor DE obtienen una alta proporción de polisacáridos y un bajo contenido de azúcares de bajo peso molecular (oligosacáridos), mientras que los productos con alto valor DE están constituidos principalmente solo por azúcares de bajo peso molecular. El equivalente de dextrosa se determina según la Norma ISO 5377. La resistencia de la cápsula blanda aumenta después de la solidificación a medida que disminuye el valor DE.

45 En una forma de realización preferida de la invención, la proporción de almidón de la mezcla seca, después de retirar el plastificante (es decir, después de la sustracción matemática del plastificante de la mezcla seca, constituida por almidón, plastificante y todos los constituyentes opcionales), en % en peso, se encuentra en > 40, con especial preferencia en > 50, todavía más preferido en > 60, todavía más preferido en > 70, todavía más preferido en > 80, todavía más preferido en > 90, con especial preferencia en > 95.

#### Almidón granular

50 El almidón granular se utiliza preferiblemente con una desestructuración hasta la Etapa 2.2, aún más preferiblemente hasta la Etapa 2.1, todavía más preferiblemente hasta la Etapa 1.5, todavía más preferiblemente hasta la Etapa 1.4, todavía más preferiblemente hasta la Etapa 1.3, todavía más preferiblemente hasta la Etapa 1.2, todavía más preferiblemente hasta la Etapa 1.1, de manera muy especialmente preferida en estado nativo, no desestructurado. Al disminuir la desestructuración, disminuye la viscosidad de la mezcla, por lo que se facilita la colada.

55 El almidón granular se utiliza según la invención en forma de partículas, correspondiéndose estas partículas en su forma con los granos de almidón originales o siendo aglomerados de los mismos. Tamaños típicos de los granos de almidón en el estado no hinchado son: 5 - 100  $\mu$ m en almidón de patata, 5 - 30  $\mu$ m en almidón de maíz, 1 - 45  $\mu$ m en almidón de trigo, 4 - 35  $\mu$ m en almidón de tapioca, 1 - 30  $\mu$ m en almidón de arroz. En el caso de una desestructuración parcial, los granos de almidón originales pueden haberse modificado en lo referente a la

geometría y el tamaño, especialmente aumenta claramente el tamaño en la desestructuración. Como almidón granular también pueden utilizarse mezclas de distintos almidones granulares.

5 Se prefiere la proporción de almidón granular en la proporción de almidón total de la mezcla en % en peso > 60, con especial preferencia > 70, todavía más preferido > 75, todavía más preferido > 80, todavía más preferido > 85, de manera muy especialmente preferida > 90.

#### Agua

10 El agua es importante para el ajuste de la viscosidad de la masa de colada y para la solidificación de las cápsulas blandas después de la conformación de la masa de colada en una película. Cuanto mayor sea el contenido de agua, tanto más fácil será la colada, más rápidamente se realizará la solidificación y menor será el aumento de temperatura necesario para ello. Por otra parte, un alto contenido de agua reduce la resistencia de las cápsulas blandas y se necesitan mayores tiempos de secado, ya que entonces debe eliminarse más agua de la película o de la cápsula blanda.

15 El límite superior para el contenido de agua de la masa de colada en % en peso asciende preferiblemente a 90, con especial preferencia a 80, todavía más preferido a 70, todavía más preferido a 60, todavía más preferido a 50, todavía más preferido a 45, de manera muy especialmente preferida a 40, mientras que el límite inferior del contenido de agua de la masa de colada en % en peso asciende preferiblemente a 15, con especial preferencia a 20, todavía más preferido a 25, todavía más preferido a 30, de manera muy especialmente preferida a 33. Al aumentar el contenido de agua se facilita la solidificación, por ejemplo, se hace posible y/o se facilita a menores temperaturas, sin embargo, a este respecto se reduce la resistencia de la película solidificada y debe aumentarse la cantidad de agua que debe de nuevo eliminarse después de la solidificación.

#### 20 Plastificante

Como plastificantes se consideran en principio todos los plastificantes citados en el estado de la técnica para almidón. Un bajo contenido de plastificante conduce a la fragilización de las cápsulas blandas a bajas humedades del aire, mientras que un alto contenido de plastificante conduce a peores propiedades a alta humedad del aire.

25 Los plastificantes pueden utilizarse individualmente o en mezclas de distintos plastificantes. Preferiblemente se utilizan polioles, tales como, por ejemplo, glicerol, sorbitol, maltitol, eritritol, xilitol, manitol, galactitol, tagatosa, lactitol, maltulosa, isomalt, maltol, etc., pero también distintos azúcares, tales como sacarosa, maltosa, trehalosa, lactosa, lactulosa, galactosa, fructosa, etc., así como monosacáridos y oligosacáridos. El glicerol se prefiere especialmente como plastificante. La sacarosa tiene, junto a su propiedad como plastificante, además la ventaja de mejorar las propiedades de barrera al oxígeno de las cápsulas blandas. El agua es asimismo un plastificante para el almidón, pero, sin embargo, aquí no se incluye entre los plastificantes y se considera por separado.

30 El límite superior para el contenido de plastificante en % en peso de la mezcla seca asciende preferiblemente a 70, con especial preferencia a 60, todavía más preferido a 55, todavía más preferido a 50, todavía más preferido a 46, de manera muy especialmente preferida a 42, mientras que el límite inferior en % en peso asciende preferiblemente a 15, con especial preferencia a 20, todavía más preferido a 25, todavía más preferido a 28, todavía más preferido a 31, todavía más preferido a 32,5, de manera muy especialmente preferida a 33,5.

35 En una realización preferida, los plastificantes se utilizan con una temperatura de fusión máxima del plastificante anhidro de 150°C, preferiblemente 125°C, con especial preferencia 110°C, todavía más preferido 95°C, de manera muy especialmente preferida 70°C. La proporción de plastificantes en el contenido de plastificante total, que cumple esta condición, asciende en % en peso a > 50, preferiblemente a > 70, con especial preferencia a > 80, de manera muy especialmente preferida a > 90.

#### Constituyentes opcionales de la mezcla de almidón

##### Amilosa de cadena corta

45 La mezcla de almidón puede presentar una proporción de amilosa de cadena corta. Esta amilosa de cadena corta puede obtenerse en el almidón granular, por ejemplo, por la acción de enzimas sobre el almidón o puede aplicarse sobre el almidón granular por pulverización del almidón granular con amilosa de cadena corta disuelta. Esta amilosa de cadena corta puede introducirse junto con al menos uno de los almidones que se utilizan para la fabricación de la película, o también puede introducirse separada de la mezcla, por ejemplo, en forma de una solución de almidón de cadena corta o en forma de almidón de cadena corta secado por pulverización, pudiendo presentar el almidón de cadena corta secado por pulverización otros almidones secados por pulverización como mezcla. Preferiblemente, la amilosa de cadena corta está presente en y/o sobre el almidón granular en forma no cristalina. La amilosa de cadena corta (Short Chain Amylose) está constituida sustancialmente por amilosas sin ramificar y se utiliza en una realización preferida. El grado de ramificación (número de ramificaciones por unidad monomérica) de amilosas de cadena corta es < 0,01, preferiblemente < 0,005, con especial preferencia < 0,003, todavía más preferido < 0,001, todavía más preferido < 0,0007, todavía más preferido < 0,0004, de manera muy especialmente preferida < 0,0001. Idealmente, la amilosa de cadena corta tiene un grado de ramificación de 0 o casi nulo, por ejemplo, cuando se

- obtiene mediante desramificación completa (por ejemplo, mediante pululanasa). Al disminuir el grado de ramificación aumenta la capacidad de cristalización de la amilosa de cadena corta y, por tanto, también la formación de redes (bajo heterocristalización con macromoléculas de almidón más largas), que se provoca por la amilosa de cadena corta. Al aumentar la formación de red se obtienen propiedades mejoradas de las cápsulas blandas según la invención, especialmente un mayor módulo de elasticidad a altas humedades del aire, por lo que las cápsulas blandas pueden utilizarse en un amplio intervalo de zonas climáticas con diferentes humedades del aire.
- 5 La amilosa de cadena corta presenta un grado de polimerización medio (DPn: media numérica) de  $> 8$  y  $< 500$ . Según la invención, asciende preferiblemente a  $< 300$ , con especial preferencia a  $< 100$ , todavía más preferido a  $< 70$ , todavía más preferido a  $< 50$ , de manera muy especialmente preferida a  $< 30$ . Además, según la invención se prefiere que el grado medio de polimerización ascienda a  $> 10$ , con especial preferencia a  $> 12$ , todavía más preferido a  $> 14$ , de manera muy especialmente preferida a  $> 15$ . Al disminuir DPn mejora la transparencia de las cápsulas blandas, ya que los heterocristales constituidos por amilosa de cadena corta y macromoléculas de almidón más largas se vuelven más pequeñas al disminuir el DPn de la amilosa de cadena corta, por lo que se reduce la dispersión de la luz. A DPn muy bajos ya no es posible la cristalización.
- 10 La amilosa de cadena corta puede obtenerse, por ejemplo, mediante polimerización de glucosa sintéticamente o mediante la acción de enzimas (por ejemplo,  $\alpha$ -amilasa,  $\beta$ -amilasa, isoamilasa, pululanasa) a partir de almidón.
- Se prefiere la proporción de amilosa de cadena corta en la proporción de almidón total de la mezcla en % en peso  $< 15$ , con especial preferencia  $< 10$ , todavía más preferido  $< 7,5$ , todavía más preferido  $< 5$ , todavía más preferido  $< 3$ , de manera muy especialmente preferida = 0.
- 20 **Espesantes**
- Puede añadirse un espesante a la mezcla que contiene almidón para ajustar la viscosidad de la mezcla a un valor deseado, también hace posible una optimización de la viscosidad de la mezcla en la colada. Además, ventajosamente se utilizan espesantes para debilitar los enlaces entre las partículas de almidón desestructuradas en las cápsulas blandas solidificadas en lo referente a un comportamiento de disgregación acelerado en medio acuoso.
- 25 El espesante puede estar presente en el momento de la conformación de la mezcla en forma de partículas, en forma hinchada o en forma disuelta.
- Como espesantes se consideran en principio todas las sustancias hidrófilas y mezclas de las mismas que aumentan la viscosidad, especialmente polímeros hidrófilos y de ellos preferiblemente aquellos de fuentes vegetales. Ejemplos son hidrocoloides y gomas, tales como galactomananos, tales como goma guar o goma de semilla de algarroba; derivados de celulosa; pectinas, especialmente ramnogalacturonanos y protopectinas; dextranos; xantana; zimosano; hidrocoloides de algas marinas, tales como alginatos, agar-agar, agarosa, carragenina y carragenanos; furcellarana; hidrocoloides de líquenes, tales como liqueninas e isoliqueninas, o hidrocoloides tales como exudados de maderas tales como tragacanto (goma de astrágalo), goma karaya, goma arábiga, goma kutira; inulina; látex; quitina; quitosano; gellan; colágeno; gelatina; caseína. Puede usarse almidón disuelto para la misma funcionalidad que los espesantes, pero no se incluye entre los espesantes y se trata de forma separada.
- 30 Algunos de estos espesantes, tales como, por ejemplo, gelatina, carragenano, gellan y pectina también son conocidos como gelificantes, gelificando no obstante al enfriarse y no al calentarse. No hacen ninguna contribución a la gelificación en la solidificación de la mezcla de colada según la invención con un aumento de temperatura y tampoco se utilizan para esto.
- 40 En una forma de realización preferida, la proporción máxima de espesante en % en peso, referido a la receta seca, después de retirar el plastificante, asciende a 50, todavía más preferido a 40, todavía más preferido a 30, todavía más preferido a 20, todavía más preferido a 10, todavía más preferido a 5, todavía más preferido a 2,5, de manera muy especialmente preferida a 1.
- 45 En otra forma de realización preferida, la máxima proporción de carragenina y carragenanos en % en peso, referido a la receta seca, después de retirar el plastificante asciende a 10, más preferiblemente a 7,5, todavía más preferido a 5, todavía más preferido a 3, todavía más preferido a 2, todavía más preferido a 1, todavía más preferido a 0,5, de manera muy especialmente preferida a 0. Debido a los altos costes de materia prima y a la sospecha de carcinogenicidad, la proporción de carragenina y carragenanos se mantiene lo más baja posible.
- 50 En otra forma de realización preferida, la máxima proporción de gelatina en % en peso, referido a la receta seca, después de retirar el plastificante asciende a 10, todavía más preferido a 7,5, todavía más preferido a 5, todavía más preferido a 3, todavía más preferido a 2, todavía más preferido a 1, todavía más preferido a 0,5, de manera muy especialmente preferida a 0. Debido a la problemática general de la gelatina, la proporción de gelatina se mantiene lo más baja posible.
- 55 En otra forma de realización preferida, la máxima proporción de gellan en % en peso, referido a la receta seca, después de retirar el plastificante asciende a 5, todavía más preferido a 2,5, todavía más preferido a 2, todavía más preferido a 1,5, todavía más preferido a 1, todavía más preferido a 0,5, todavía más preferido a 0,2, de manera muy especialmente preferida a 0. Debido a los altos costes de materia prima, la proporción de gellan se mantiene lo más

baja posible.

5 En otra forma de realización preferida, la máxima proporción de pectina en % en peso, referido a la receta seca, después de retirar el plastificante asciende a 5, todavía más preferido a 2,5, todavía más preferido a 2, todavía más preferido a 1,5, todavía más preferido a 1, todavía más preferido a 0,5, todavía más preferido a 0,2, de manera muy especialmente preferida a 0. Debido a los altos costes de materia prima y la problemática procesabilidad, la proporción de pectina se mantiene lo más baja posible.

10 En otra forma de realización preferida, la máxima proporción de derivados de celulosa en % en peso, referido a la receta seca, después de retirar el plastificante asciende a 15, todavía más preferido a 10, todavía más preferido a 5, todavía más preferido a 2,5, todavía más preferido a 1, todavía más preferido a 0,5, de manera muy especialmente preferida a 0. Debido a los altos costes de materia prima y la separación de la mezcla o la precipitación de derivados de celulosa de la mezcla de almidón a elevadas temperaturas, la proporción de derivados de celulosa se mantiene lo más baja posible.

Almidón disuelto

15 El almidón disuelto puede utilizarse igualmente que los espesantes previamente mencionados para elevar la viscosidad de la mezcla y para modificar el enlace entre las partículas de almidón. Su utilización es opcional, ya que la deseada elevación de la viscosidad a la viscosidad adecuada para la colada también puede obtenerse mediante una elevación adecuada de la temperatura de la mezcla de colada, aumentando el almidón granular la viscosidad debido al hinchamiento. Sin embargo, como entonces la temperatura de la mezcla de colada debe ajustarse y controlarse con precisión, el modo de proceder con la utilización de almidón disuelto (o un espesante) es más sencillo y, por tanto, se prefiere.

20 En lo referente al almidón disuelto, son válidas las mismas declaraciones para almidones adecuados y tipos preferidos que en lo referente al almidón en general. Sin embargo, el almidón disuelto también puede presentar un peso molecular más bajo que el que se prefiere generalmente para el almidón. Además, para el almidón disuelto se utilizan preferiblemente almidones fuertemente estabilizados en la retrogradación o bien almidones altamente sustituidos o dextrinas altamente ramificadas, por lo que puede acelerarse la disgregación de la cápsula blanda en medio acuoso.

El almidón disuelto se diferencia del almidón granular en su estado en la mezcla de colada, donde se encuentra en forma disuelta o en forma predominantemente desestructurada, mientras que el almidón granular en este momento de tiempo todavía está presente predominantemente no desestructurado.

30 El almidón disuelto puede obtenerse, por ejemplo, por disolución a partir de almidón extrudido amorfo o puede obtenerse de almidón pregelatinizado. Según la invención, por la expresión "almidón disuelto" también se entiende almidón pregelatinizado (tal como, por ejemplo, almidón pregelatinizado secado con rodillos), incluso si éste está presente en forma sin disolver o solo parcialmente disuelta. El almidón pregelatinizado está desestructurado preferiblemente al menos hasta la Etapa 2.3, todavía más preferido al menos hasta la Etapa 2.4, todavía más preferido al menos hasta la Etapa 3.1, todavía más preferido al menos hasta la Etapa 3.3.

40 En una realización preferida, el almidón disuelto se desestructura al menos hasta la Etapa 2.3 como muy tarde en el momento en el que la mezcla se conforma en una película, todavía más preferido al menos hasta la Etapa 2.4, todavía más preferido al menos hasta la Etapa 3.1, todavía más preferido al menos hasta la Etapa 3.3, todavía más preferido al menos hasta la Etapa 3.5, todavía más preferido al menos hasta la Etapa 3.6, con especial preferencia al menos hasta la Etapa 4.1 y de manera muy especialmente preferida hasta la Etapa 4.2.

Además, según la invención se prefiere que el límite superior para la proporción de almidón disuelto referido a la mezcla anhidra en % en peso ascienda a 30, con especial preferencia a 25, todavía más preferido a 20, todavía más preferido a 15, todavía más preferido a 10, de manera muy especialmente preferida a 5.

Otros constituyentes (aditivos y adyuvantes)

45 Otros constituyentes de la mezcla de almidón pueden ser colorantes y pigmentos, así como cargas, cargas minerales, tales como, por ejemplo, talco, o sustancias modificadoras, tales como polietilenglicoles o adyuvantes de disgregación, tales como, por ejemplo, carbonatos o hidrógeno-carbonatos o aditivos, tales como, por ejemplo, conservantes, antioxidantes o emulsionantes, tales como, por ejemplo, lecitinas, mono-, di- y tri-glicéridos de ácidos grasos, ésteres de poliglicerol, ésteres de polietileno o ésteres de azúcar. En principio, todos los aditivos que se utilizan en cubiertas de cápsulas blandas pueden utilizarse asimismo según la invención, especialmente aditivos que se utilizan para adaptar la cubierta de la cápsula blanda a la sustancia constitutiva (adyuvantes de formulación).

Conformación y solidificación

55 El almidón en forma de partículas de almidón granular se desestructura durante y/o después de la conformación de la mezcla en una película mediante un aumento de la temperatura, por lo que se obtiene una rápida solidificación de la mezcla de colada en una película sólida. Preferiblemente, el aumento de temperatura tiene lugar después de la

conformación de la mezcla en una película, especialmente inmediatamente después del moldeo de la mezcla en una película. Dado el caso, el aumento de temperatura durante la conformación asciende como máximo al 50%, preferiblemente como máximo al 40%, todavía más preferido como máximo al 30%, todavía más preferido como máximo al 20%, lo más preferido como máximo al 10% del aumento de temperatura total de la masa de colada a la temperatura de solidificación.

5 En una forma de realización preferida, la mezcla, que contiene almidón, puede conformarse bajo una presión de menos de 5 bar (0,5 MPa), con especial preferencia menos de 4 bar (0,4 MPa), todavía más preferido menos de 3 bar (0,3 MPa), todavía más preferido menos de 2 bar (0,2 MPa), de manera muy especialmente preferida menos de 1 bar (0,1 MPa). A presiones de este tipo, la formación de la presión es sencilla y los aparatos necesarios son sencillos y económicos. En todavía otra forma de realización preferida, la mezcla que contiene almidón puede conformarse bajo una presión de menos de 0,7 bar (0,07 MPa), con especial preferencia menos de 0,6 bar (0,06 MPa), todavía más preferido menos de 0,5 bar (0,05 MPa), todavía más preferido menos de 0,4 bar (0,04 MPa), todavía más preferido menos de 0,3 bar (0,03 MPa), de manera muy especialmente preferida menos de 0,2 bar (0,02 MPa). En la realización más preferida, la mezcla se conforma prácticamente sin presión, es decir, la mezcla fluye debido a su propio peso por la unidad de conformación que es, por ejemplo, una caja esparcidora, que ya se utiliza de forma estándar en la colada de gelatina.

En principio, la viscosidad de la mezcla de colada también puede ajustarse a un valor tan alto, por ejemplo con espesantes, de modo que se necesiten presiones muy por encima de 5 bar (0,5 MPa) para la conformación de la mezcla de colada en una película.

20 El límite superior para la viscosidad dinámica de la mezcla antes o durante la conformación (es decir, la viscosidad a la temperatura correspondiente) en Pas se encuentra preferiblemente en 3000, con especial preferencia en 1000, todavía más preferido en 500, todavía más preferido en 300, todavía más preferido en 200, todavía más preferido en 150, todavía más preferido en 120, todavía más preferido en 100, todavía más preferido en 70, de manera muy especialmente preferida en 50. Además, se prefiere que el límite inferior para la viscosidad dinámica de la mezcla antes o durante la conformación en Pas se encuentre en 0,01, con especial preferencia en 0,05, todavía más preferido en 0,1, todavía más preferido en 0,5, de manera muy especialmente preferida en 1. Las viscosidades se refieren a una velocidad de cizallamiento de 1,1/s. Altas viscosidades se correlacionan con altas presiones necesarias, de manera que las ventajas de las viscosidades más bajas se corresponden con las ventajas de las presiones más bajas. Como existen múltiples posibilidades para conformar mezclas con un amplio intervalo de viscosidades, las viscosidades que se consideran cubren un intervalo correspondientemente amplio. A una viscosidad por debajo de aproximadamente 300 Pas, los procedimientos de colada sin presión (bajo el propio peso de la mezcla) son posibles mediante la caja esparcidora típica para el procedimiento de colada de gelatina. Los límites inferiores se dan por el hecho de que la conformación y especialmente el ajuste del espesor de una película colada son cada vez más difíciles a viscosidades muy bajas (fluye la mezcla).

35 El límite superior para la temperatura en °C a la que la mezcla que contiene almidón se conforma se encuentra preferiblemente en 90, con especial preferencia en 80, todavía más preferido en 70, todavía más preferido en 65, todavía más preferido en 60, todavía más preferido en 55, de manera muy especialmente preferida en 50. Además, en una forma de realización preferida el límite inferior para la temperatura en °C a la que se conforma la mezcla que contiene almidón se encuentra en -20, con especial preferencia en -10, todavía más preferido en 0, todavía más preferido en 10, todavía más preferido en 20, todavía más preferido en 30, todavía más preferido en 35, todavía más preferido en 40, de manera muy especialmente preferida en 45.

45 A partir de la temperatura de la masa de colada antes de la conformación, es decir, de la temperatura de la masa de colada en la caja esparcidora, la temperatura de la mezcla de almidón aumenta para que ésta solidifique. El límite inferior para el aumento de la temperatura de la mezcla de almidón en °C para la inducción de la solidificación se encuentra preferiblemente en 10, con especial preferencia en 15, todavía más preferido en 20, todavía más preferido en 25, todavía más preferido en 30, todavía más preferido en 35, de manera muy especialmente preferida en 40. Además, en una forma de realización preferida, el límite superior del aumento de temperatura en °C se encuentra en 130, todavía más preferido en 110, todavía más preferido en 90, de manera muy especialmente preferida en 70. Al elevarse el aumento de temperatura se acelera la solidificación y se obtienen mejores propiedades mecánicas, ya que las partículas de almidón se unen mejor entre sí. El límite superior se da por la formación de burbujas que se manifiesta o que aumenta al aumentar la temperatura.

50 El contenido de agua después de la conformación de la masa de colada durante la solidificación del producto se mantiene de preferencia aproximadamente constante, especialmente hasta que la película (a temperatura ambiente) haya alcanzado un módulo E en MPa de al menos 0,001, preferiblemente 0,003, con especial preferencia 0,005, todavía más preferido 0,007, todavía más preferido 0,009, de manera muy especialmente preferida 0,01. Durante la solidificación, el contenido de agua se reduce preferiblemente como máximo en un 25% en peso, con especial preferencia como máximo en un 20% en peso, todavía más preferido como máximo en un 15% en peso, todavía más preferido como máximo en un 10% en peso, todavía más preferido como máximo en un 7% en peso, todavía más preferido como máximo en un 5% en peso, de manera muy especialmente preferida como máximo en un 3% en peso (para ilustración: el contenido de agua después de la conformación de la masa de colada en una película se encuentra en el 40%, de manera que después de una reducción del 3% se encuentra en el 37%). La constancia del

contenido de agua durante la solidificación de la película facilita la solidificación, una reducción demasiado fuerte del contenido de agua en esta fase conduce a la solidificación incompleta de la película y, por tanto, a propiedades mecánicas insuficientes, especialmente la película tiende a la formación de fisuras en el procesamiento posterior.

Cápsulas blandas

5 Las cápsulas blandas según la invención basadas en almidón comprenden preferiblemente:

a) > 40% en peso de la cápsula blanda seca, después de retirar el plastificante, de almidón,

b) 15 – 70% en peso de la cápsula blanda seca de plastificante, y

c) 0,1 - 50% en peso de la cápsula blanda total de agua,

10 d) dado el caso como máximo el 50% en peso de la cápsula blanda seca, después de retirar el plastificante, de un espesante, y

e) dado el caso, aditivos y adyuvantes habituales,

presentando la cápsula blanda partículas de almidón unidas entre sí, en especial partículas de almidón desestructurado unidas entre sí.

15 Las partículas de almidón unidas entre sí forman preferiblemente una matriz en la que en esta matriz están encerradas dado el caso otras fases. La proporción de otras fases en % en peso asciende preferiblemente a < 30, todavía más preferido a < 20, todavía más preferido a < 10, todavía más preferido a < 5, todavía más preferido a < 2,5, lo más preferido a < 1,5.

20 Estas partículas de almidón en las cápsulas blandas son partículas de almidón desestructurado que se han formado a partir del almidón granular en la gelación de la mezcla de colada para dar la película, estando presentes dado el caso otras partículas de almidón desestructurado que ya estuvieron presentes en este estado antes de la gelación de la mezcla de colada y que proceden de almidón disuelto (correspondiéndose su grado de desestructuración preferiblemente con al menos aquel del almidón granular). Las partículas de almidón del almidón granular todavía existen preferiblemente como partículas de almidón individuales, preferiblemente con un diámetro medio de al menos 2 µm, todavía más preferido de al menos 4 µm, todavía más preferido de al menos 6 µm. Las partículas de almidón formadas a partir del almidón granular están desestructuradas preferiblemente al menos hasta la Etapa 2.1, con especial preferencia hasta la Etapa 2.2, todavía más preferido hasta la Etapa 2.3, todavía más preferido hasta la Etapa 2.4 de manera muy especialmente preferida hasta la Etapa 3.1. Al aumentar la desestructuración mejora la manipulación de la película fresca y las propiedades mecánicas y ópticas de la cápsula blanda fresca y secada. Por otra parte, las partículas de almidón están desestructuradas preferiblemente como máximo hasta la Etapa 4.1, con especial preferencia hasta la Etapa 3.6, todavía más preferido hasta la Etapa 3.5, todavía más preferido hasta la Etapa 3.4, todavía más preferido hasta la Etapa 3.3, de manera muy especialmente preferida hasta la Etapa 3.2. Para conseguir una desestructuración muy alta, en la solidificación se necesitan temperaturas muy altas, lo que es complejo de controlar desde el punto de vista de la tecnología de procesos, especialmente el control del contenido de agua, así como la formación de burbujas de aire no deseadas. Además, a una desestructuración muy alta, cuando los granos de almidón se disgregan cada vez más, disminuye la contribución positiva de las partículas de almidón a las propiedades mecánicas de la película fresca y de las cápsulas blandas.

40 El almidón granular se encuentra, en el momento de la conformación de la mezcla en una película, como partículas sólidas, a lo sumo parcialmente hinchadas. En la película solidificada, este almidón se encuentra en forma de partículas de almidón desestructuradas fuertemente hinchadas que están unidas entre sí o directamente mediante acoplamiento de superficies de estas partículas o indirectamente mediante una capa intermedia, pudiendo presentar esta capa intermedia dado el caso un aglutinante y/o almidón, especialmente almidón disuelto. La relación del espesor medio de la capa intermedia, dividido por el diámetro medio de la partícula hinchada, asciende preferiblemente a < 0,4, con especial preferencia a < 0,2, todavía más preferido a 0,15, todavía más preferido a < 0,1, todavía más preferido a < 0,05. Es decir, las partículas están preferiblemente densamente empaquetadas, lo más preferido las partículas se rozan entre sí en un empaquetamiento denso, especialmente extremadamente denso (es decir, un empaquetamiento sin espacios intermedios).

50 El enlace entre las partículas de almidón puede mejorarse dado el caso por el almidón disuelto entre las partículas o mediante otro aglutinante, pero sin estas medidas también se obtiene un enlace suficiente. La estructura de la película de almidón o bien de la cápsula blanda como aglomerado denso de partículas se manifiesta claramente cuando la película o la cápsula blanda se dispone en agua y se mueve con un agitador magnético, por ejemplo, a temperatura ambiente o a 70°C. La cápsula blanda se disgrega, dado el caso (a temperatura ambiente) bajo la acción de ligero frotamiento, inicialmente en una pasta uniforme fina. Si esta masa se sigue diluyendo con agua, de ella pueden obtenerse de nuevo partículas de almidón individuales, que pueden identificarse bajo el microscopio óptico debido a su forma como partículas hinchadas de almidón desestructurado. A partir de granos de almidón desestructurado que pueden recuperarse a partir de la cápsula blanda puede incluso determinarse el origen o tipo

55 del almidón utilizado, ya que diferentes almidones presentan diferentes formas de grano y distribuciones de tamaños

de grano. Para hacer visibles las partículas en el microscopio, ventajosamente se tiñen con una solución de yodo (solución de Lugol). Otra posibilidad para volver a hacer visibles las partículas de almidón originales consiste en que, en lugar de la tinción, se aplica una gota de la masa diluida con agua sobre un portaobjetos. Después de evaporarse el agua, las partículas de almidón pueden identificarse en el microscopio óptico. Debido al encogimiento de las partículas de almidón hinchadas en el secado, estas partículas presentan deformaciones características y, dado el caso, fisuras.

La media ponderal preferida de la distribución de peso molecular  $M_w2$  del almidón contenido se encuentra, al igual que la media ponderal preferida de la distribución de peso molecular  $M_w1$  del almidón en la mezcla de colada de almidón, al menos en 500.000 g/mol, con especial preferencia al menos 1.000.000 g/mol, todavía más preferido al menos 2.500.000 g/mol, todavía más preferido al menos 3.000.000 g/mol, todavía más preferido al menos 4.000.000 g/mol, todavía más preferido al menos 5.000.000 g/mol, todavía más preferido al menos 7.000.000 g/mol, de manera muy especialmente preferida al menos 10.000.000 g/mol.

Con referencia a los constituyentes de la cápsula blanda, excepto el contenido de agua, son válidas las declaraciones sobre la mezcla de colada usada en el procedimiento. El límite superior para el contenido de agua de las cápsulas blandas según la invención en % en peso se encuentra preferiblemente en 40, con especial preferencia en 30, todavía más preferido en 25, todavía más preferido en 20, de manera muy especialmente preferida en 17, mientras que el límite inferior del contenido de agua de la cápsula blanda en % en peso asciende preferiblemente a 1, con especial preferencia a 3, todavía más preferido a 5, de manera muy especialmente preferida a 7. A medida que aumenta el contenido de agua la cápsula blanda pierde sus propiedades mecánicas, y se vuelve especialmente demasiado blanda. A medida que disminuye el contenido de agua la cápsula blanda se vuelve demasiado dura.

#### Constituyentes insolubles de la película o bien de la cápsula blanda

Las películas o bien cubiertas de las cápsulas blandas producidas están constituidas por partículas de almidón que están densamente empaquetadas en una realización preferida, de la cual resultan propiedades ventajosas para el procesamiento de la película y para las propiedades de la película acabada. Estas partículas de almidón pueden separarse de los constituyentes solubles (estos son especialmente plastificante, almidón soluble, dado el caso espesantes), por ejemplo, mediante la disolución de la película a 70°C durante 30 min y puede, por tanto, medirse su proporción cuantitativa en la película.

#### Procedimiento de recuperación nº 1

En una realización preferida, la proporción mínima en % en peso del almidón en la cubierta de la cápsula blanda, que puede recuperarse después de la disolución de la cápsula blanda a 70°C durante 30 min, asciende al 30, preferiblemente al 40, todavía más preferido al 50, todavía más preferido al 55, todavía más preferido al 60, todavía más preferido al 65, de manera muy especialmente preferida al 70%.

#### Procedimiento de recuperación nº 2

En otra realización preferida se determina la proporción de masa que puede recuperarse después de la disolución de la cubierta de la cápsula blanda a 70°C durante 30 min, y se refiere a la masa de la película seca. La determinación según esta definición es más sencilla que cualquiera según el Procedimiento de recuperación nº 1, debido a que también puede aplicarse cuando no se conoce exactamente la composición de la cubierta de la cápsula blanda. La proporción mínima en % en peso de la masa que puede recuperarse se encuentra en 25, preferiblemente en 35, todavía más preferido en 40, todavía más preferido en 45, de manera muy especialmente preferida en 50.

#### Ventajas del procedimiento según la invención y de las cápsulas blandas según la invención

Las mezclas de colada según la invención son fáciles de preparar (invención: proceso de mezclado simple; gelatina: fabricación de gel compleja; almidón termoplástico (TPS): fabricación de un granulado que es difícil de manipular y se aglutina debido a su pegajosidad). Sin embargo, el proceso de colada es en sí ventajosamente similar al de la gelatina, es decir, sin presión. La colada bajo peso inherente es posible, de manera que es posible el cambio de colada de gelatina al procedimiento según la invención, pero la solidificación se realiza mediante aumento de la temperatura y no mediante reducción de la temperatura. Debido a la rápida solidificación (gelación) después de la colada, se obtienen tasas de producción, altas y competitivas. La película es isotrópica como una película de gelatina, es decir, sus propiedades no dependen de la dirección.

La característica esencial de la mezcla de almidón que se usa en el procedimiento según la invención consiste en que esta mezcla presenta almidón en forma de partículas, es decir, la mezcla es una dispersión de las partículas en medio acuoso. Esta mezcla es estable durante un largo tiempo.

La encapsulación requiere una extensibilidad de la película de al menos el 100%. Al cerrar la cubierta de la cápsula blanda, la película deberá ser soldable consigo misma y la costura de soldadura deberá poder soportar carga inmediatamente. La cápsula fresca deberá ser suficientemente estable para las siguientes etapas de procesamiento (trayectoria de transporte de la "boquilla rotatoria" y limpieza en el tambor (separación del aceite de la boquilla

rotatoria). Estas condiciones se cumplen por el procedimiento según la invención.

Los costes de materia prima y los costes de procedimiento para la fabricación de cápsulas según la invención son inferiores que en la fabricación de las cápsulas blandas de gelatina.

5 La película para la fabricación de cápsulas blandas puede presentar, después de la solidificación, un módulo E de al menos 0,009 MPa y un alargamiento a la rotura de al menos el 100%. El módulo E y el alargamiento a la rotura se miden a temperatura ambiente, inmediatamente después de la solidificación, es decir, a lo sumo algunos minutos después de la conformación de la mezcla en una película, correspondiéndose el contenido de agua con el contenido de agua después de la solidificación de la película. Si la solidificación se consigue, por ejemplo, en un tambor giratorio, entonces se miden el módulo E y el alargamiento a la rotura de la película después de que la película haya abandonado el tambor y el contenido de agua en la medición se corresponda con el contenido de agua de la película en este momento. La capacidad de manipulación de la película solo es posible con un módulo E suficientemente grande y un alargamiento a la rotura suficiente después de la solidificación, ya que para el procesamiento posterior la película solidificada se somete a tensión mecánica. Las propiedades de la película fresca son para esto más que suficientes, de manera que también pueden conducirse altas tasas de producción.

15 Las cápsulas blandas según la invención también asimismo buenas propiedades mecánicas, especialmente una alta elasticidad y una alta extensibilidad. Las cápsulas blandas están compuestas de partículas de almidón individuales, densamente empaquetadas unidas entre sí. Estas partículas de almidón se encuentran en un estado hinchado y preferiblemente en un empaquetamiento denso. Las cápsulas blandas son además compactas y están libres de burbujas de aire. Hasta la fecha se supuso en el mundo técnico que el almidón debía plastificarse en la prensa extrusora para cápsulas blandas útiles, perdiéndose completamente la individualidad de las partículas de almidón utilizadas, normalmente almidón granular.

25 Es todavía más sorprendente, a la vista de la estructura en partículas, en donde inicialmente debiera esperarse que los enlaces entre las partículas de almidón fueran sitios débiles, que una cápsula blanda según la invención presentara propiedades mecánicas incluso mejores, por ejemplo, un mayor módulo E, que una cápsula blanda de la misma composición que se ha preparado mediante plastificación del almidón en la prensa extrusora. El motivo para esto se encuentra, al menos en parte, en que el peso molecular de las macromoléculas de almidón se reduce en la plastificación del almidón debido a la alta temperatura y/o los altos cizallamientos y las propiedades mecánicas aumentan con el peso molecular. Como para la fabricación de la película según la invención no se necesita cizallamiento y se necesitan temperaturas claramente más bajas que en la plastificación, el peso molecular del almidón en la cápsula blanda se corresponde aproximadamente con el peso molecular del almidón antes del procesamiento (las determinaciones de peso molecular presentan la mayoría de las veces un error sustancial ya que las mediciones son difíciles).

35 Cápsulas blandas conocidas a base de almidón plastificado transparente se ablandan y se vuelven blancas (opacas) al almacenarlas en agua, pero permanecen más o menos dimensionalmente estables y se disgregan en fragmentos a baja tensión mecánica. No tiene lugar disolución en las partículas de almidón originales, ya que su identidad se ha destruido en la plastificación mediante extrusión.

40 La diferencia aquí citada entre el almidón extrudido y las cápsulas blandas de almidón según la invención tiene además la ventaja de que las cápsulas blandas según la invención se disgregan bien en agua, se disuelven (en las partículas originales) vistas macroscópicamente, mientras que aunque las cápsulas blandas extrudidas se ablandan, su forma se conserva sin acción mecánica. Por tanto, la liberación del contenido de la cápsula se realiza más fácilmente en cápsulas según la invención y hay compatibilidad con las especificaciones de la farmacopea que requieren una disolución de la cubierta de la cápsula.

Dado que las partículas de la cubierta de la cápsula blanda están densamente empaquetadas, presenta una alta densidad. Se encuentra preferiblemente en el intervalo de 1,07 - 1,3 g/cm<sup>3</sup>.

45 En el caso de uso de masas de colada que no presentan aditivos que reducen la transparencia, tales como, por ejemplo, pigmentos, la masa de colada que presenta partículas de almidón y por eso es prácticamente completamente opaca, se vuelve cada vez más transparente en la masa a medida que avanza la solidificación. Después de terminar la solidificación, la cápsula blanda es entonces prácticamente completamente transparente. Esto significa que una letra que una persona todavía pueda leer a una distancia, todavía puede ser leída por esta persona a la misma distancia cuando se cubre con una película transparente (de aproximadamente 0,5 mm de espesor) para la fabricación de la cápsula blanda, y el tamaño de la letra se amplió como máximo el 50%.

Las cápsulas blandas según la invención son estables en un amplio intervalo de humedades del aire y temperaturas, mientras que las cápsulas blandas de gelatina se vuelven muy blandas a altas humedades del aire y se funden a altas temperaturas. Presentan una menor permeabilidad al oxígeno que las cápsulas blandas de gelatina.

55 Las buenas propiedades mecánicas de las cápsulas blandas según la invención son una consecuencia de la estructura de la película de cápsula blanda como aglomerado de granos de almidón desestructurado densamente empaquetados, así como una consecuencia del alto peso molecular del almidón, que se hace posible mediante el procedimiento según la invención. Los granos de almidón desestructurado presentan una cierta resistencia y, por

tanto, hacen una contribución a las buenas propiedades mecánicas de la cápsula blanda en un amplio intervalo de humedades del aire.

Dispositivo de encapsulación

5 El procedimiento descrito es muy adecuado para la fabricación de cápsulas blandas, ya que el procedimiento es muy similar a la colada de gelatina. Cuando se cambia de gelatina a almidón, esto puede producirse mediante una conversión con medios razonables y la conversión se refiere esencialmente solo a la parte del dispositivo de encapsulación al que se refiere la fabricación de la película. Aunque para las etapas de procedimiento posteriores deben adaptarse ciertos parámetros de procedimiento, no resultan cambios fundamentales. Es además ventajoso que se suprima la etapa de trabajo de la fabricación de la masa fundida de gelatina o bien que pueda sustituirse por 10 la etapa de trabajo claramente más sencilla y rápida de la fabricación de la mezcla de almidón. Esta mezcla de colada se obtiene muy fácilmente mezclando los componentes entre sí con agitación, siendo suficientes mecanismos agitadores sencillos habituales. Para el proceso de colada puede usarse la misma caja esparcidora que se utiliza en la colada de gelatina.

15 Un dispositivo según la invención para la fabricación de cápsulas blandas basadas en almidón presenta, por tanto, los siguientes dispositivos: un dispositivo de conformación para hacer posible una conformación de una masa de almidón en una película, al menos un dispositivo de calentamiento para realizar durante y/o después de la conformación un tratamiento térmico para la gelación del almidón, así como después del dispositivo de calentamiento un dispositivo de boquilla rotatorio con el que las cápsulas se moldean, se llenan y se desmoldean. Dado el caso, el dispositivo para la fabricación de cápsulas blandas según la invención presenta todavía un 20 dispositivo para regular el contenido de agua de la película durante y/o después de la conformación, especialmente durante la solidificación del almidón en la región del dispositivo de calentamiento.

La diferencia característica entre la fabricación de cápsulas blandas de gelatina y de almidón consiste en que la masa de colada de gelatina fundida solidifica, o gelifica, mediante enfriamiento después de la colada, mientras que, 25 por el contrario, la masa de colada de almidón solidifica después de la colada mediante aumento de la temperatura. En el procedimiento de gelatina, la masa se vierte en un tambor refrigerado cilíndrico a aproximadamente 80°C (temperatura típica aproximadamente 18°C), mientras que en el procedimiento según la invención se cuela preferiblemente en una pieza de proceso giratoria, realizándose allí el aumento de la temperatura de la masa de colada, especialmente mediante conducción térmica. Sin embargo, en principio puede utilizarse, alternativa o 30 adicionalmente, cualquier otro tipo de calentamiento, siendo especialmente adecuados procedimientos de calentamiento mediante radiación, por ejemplo, radiación infrarroja o radiación con microondas. Otros procedimientos de calentamiento usan vapor de agua. La pieza de proceso giratoria es preferiblemente un tambor.

La película permanece preferiblemente hasta la solidificación esencialmente completa (solidificación primaria) de la película en contacto con la pieza de proceso giratoria.

35 En una realización preferida, la película permanece en contacto con la pieza de proceso giratoria al menos el 30% de la circunferencia de la pieza de proceso giratoria, con especial preferencia al menos el 40%, todavía más preferido al menos el 50%, todavía más preferido al menos el 60%, de manera muy especialmente preferida al menos el 70%.

40 En una realización preferida, el dispositivo para la regulación del contenido de agua de la película regula el contenido de agua de manera que el contenido de agua de la película durante el contacto con la pieza de proceso giratoria se reduzca como máximo el 25% en peso, con especial preferencia como máximo el 20% en peso, todavía más preferido como máximo el 15% en peso, todavía más preferido como máximo el 10% en peso, todavía más preferido como máximo el 7% en peso, todavía más preferido como máximo el 5% en peso, de manera muy especialmente preferida como máximo el 3% en peso (para ilustración: el contenido de agua después del moldeo de la masa de colada en una película se encuentra en el 40%, de manera que después de una reducción del 3% se 45 encuentra en el 37%).

En una realización preferida, la pieza de proceso giratoria puede caldearse a una temperatura de al menos 25°C, con especial preferencia de al menos 50°C, todavía más preferida de al menos 80°C, todavía más preferida de al menos 90°C, todavía más preferida de al menos 100°C, lo más preferido de al menos 105°C.

La pieza de proceso giratoria presenta preferiblemente al menos sobre un lado un aislamiento térmico.

50 El dispositivo para la regulación del contenido de agua de la película después de la conformación presenta en una forma de realización preferida un medio que cubre la película sobre la pieza de proceso giratoria al menos el 30% del perímetro, con especial preferencia al menos el 40%, todavía más preferido al menos el 50%, todavía más preferido al menos el 60%, de manera muy especialmente preferida al menos el 70%. Con ello se regula el contenido de agua en la película durante la solidificación, especialmente se mantiene esencialmente constante.

55 Esta cubierta se logra preferiblemente mediante una cinta co-rotacional que descansa sobre la película y especialmente presenta la misma velocidad o velocidad angular que la pieza de proceso giratoria. Esta cinta puede presentar un accionamiento propio, preferiblemente directamente es accionada con la pieza de proceso giratoria,

realizándose la transferencia de fuerza entre la pieza de proceso giratoria o bien la película y la cinta mediante adhesión. La cinta puede calentarse antes de que llegue a descansar sobre la pieza de proceso giratoria o la película, por ejemplo, mediante radiación tal como radiación infrarroja.

- 5 A lo largo de la circunferencia de la cinta alrededor de la pieza de proceso giratoria, en la zona donde se encuentra la cinta, pueden utilizarse uno o varios dispositivos de calentamiento, por ejemplo, emisores de infrarrojos.

La película solidificada se enfría dado el caso a continuación y luego sigue utilizándose análogamente a una película de gelatina, por ejemplo, se engrasa y luego se utiliza para la encapsulación mediante boquillas rotatorias.

- 10 El dispositivo para la regulación del contenido de agua de la película después de la conformación presenta, en otra forma de realización preferida, un medio para limitar el espacio sobre la película a lo largo de al menos una parte de la pieza de proceso giratoria, de manera que se limite el volumen en el que se evapora agua de la película. Esta limitación se refiere preferiblemente a al menos el 30% del perímetro de la pieza de proceso giratoria, con especial preferencia a al menos el 40%, todavía más preferido a al menos el 50%, todavía más preferido a al menos el 60%, de manera muy especialmente preferida a al menos el 70%. El volumen limitado asciende preferiblemente como máximo a 10 veces el volumen de la película dentro de la limitación, con especial preferencia como máximo a 5
- 15 veces, todavía más preferido como máximo a 2 veces. En una forma de realización preferida, el volumen limitado se climatiza, es decir, se regulan la humedad del aire y dado el caso la temperatura.

El dispositivo para la regulación del contenido de agua de la película después de la conformación presenta, en otra forma de realización preferida, un medio para aportar agua a la película, preferiblemente agua caliente, con especial preferencia vapor de agua.

- 20 El dispositivo para la regulación del contenido de agua de la película después de la conformación presenta, en otra forma de realización preferida, un medio para cubrir la superficie de la película con un líquido. El medio genera especialmente una película de líquido sobre la película de almidón o el medio presenta un baño de líquido a través del cual se conduce la película de almidón. El líquido es preferiblemente un aceite.

Breve descripción de los dibujos

- 25 La Figura 1 muestra una vista fragmentaria de una primera forma de realización del dispositivo según la invención para la fabricación de cápsulas blandas.

La Figura 2 muestra una vista fragmentaria de una segunda forma de realización del dispositivo según la invención para la fabricación de cápsulas blandas.

La Figura 3 muestra un dispositivo según la invención para la fabricación de cápsulas blandas.

- 30 La Figura 4 muestra una imagen de microscopio óptico de una película de almidón según la invención para la fabricación de una cápsula blanda según el Ejemplo 1 que se almacenó a una humedad relativa del aire del 58% con un aumento 1:150 (se muestra una vista fragmentaria de la película con una anchura de 0,57 mm).

- 35 La Figura 5 muestra una imagen de microscopio óptico de una película de almidón según la invención para la fabricación de una cápsula blanda según el Ejemplo 1 con el factor de aumento 150 (se muestra una vista fragmentaria de la película con una anchura de 0,57 mm) que se almacenó a una humedad relativa del aire del 58%.

La Figura 6 muestra una imagen de microscopio óptico de una película de almidón extrudida no según la invención para la fabricación de una cápsula blanda según la patente EP 1 103 254 B1 con el factor de aumento 150 (se muestra una vista fragmentaria de la película con una anchura de 0,57 mm).

- 40 La Figura 7 muestra una imagen de microscopio óptico de una suspensión acuosa de almidón de tapioca hidroxipropilado birrefringente sin procesar con el factor de aumento 150 (se muestra una vista fragmentaria con una anchura de 0,57 mm).

La Figura 8 muestra una imagen de microscopio óptico de una suspensión acuosa de almidón de tapioca hidroxipropilado que se calentó a 70°C, con el factor de aumento 150 (se muestra una vista fragmentaria con una anchura de 0,57 mm).

- 45 La Figura 9 muestra una imagen de microscopio óptico de una suspensión acuosa de almidón de tapioca hidroxipropilado que se obtuvo calentando una cápsula blanda según la invención según el Ejemplo 1 en agua a 70°C, con el factor de aumento 150 (se muestra una vista fragmentaria con una anchura de 0,57 mm).

- 50 La Figura 10 muestra una imagen de microscopio óptico de una suspensión acuosa de almidón de patata hidroxipropilado sin procesar bajo polarizadores cruzados, con el factor de aumento 150 (se muestra una vista fragmentaria con una anchura de 0,57 mm).

La Figura 11 muestra una imagen de microscopio óptico de una suspensión acuosa de almidón de patata hidroxipropilado que se calentó a 70°C, con el factor de aumento 150 (se muestra una vista fragmentaria con una

anchura de 0,57 mm).

La Figura 12 muestra una imagen de microscopio óptico de una suspensión acuosa de almidón de patata hidroxipropilado que se obtuvo calentando a 70°C una muestra de una cápsula blanda según la invención según el Ejemplo 5 en agua, con el factor de aumento 150 (se muestra una vista fragmentaria con una anchura de 0,57 mm).

- 5 La Figura 13 muestra las distribuciones de masas molares de un almidón de partida y de un almidón que se recuperó mediante disolución de una cápsula blanda según la invención según el Ejemplo 5 que se preparó a partir de este almidón de partida.

### Ejemplos

- 10 Las formulaciones para los Ejemplos se citan en la Tabla 1. Se prepararon respectivamente mezclas de colada de 10 kg. La viscosidad de la mezcla de colada, las propiedades mecánicas y la recuperación del almidón también se citan en la Tabla 1.

En todos los experimentos para la fabricación de cápsulas blandas se obtuvieron cápsulas blandas completamente transparentes de buena calidad, especialmente fueron de forma estable, presentaron buenas costuras de soldadura y fueron fáciles de limpiar y de secar.

- 15 En todos los Ejemplos según la invención los análisis microscópicos mostraron que las películas de almidón se construyeron a partir de granos de almidón desestructurado densamente empaquetados (< 5% de granos de almidón birrefringentes) y las películas pudieron disolverse en estos constituyentes de nuevo en agua, es decir, después de la disgregación de las películas los granos de almidón desestructurado pudieron detectarse de nuevo en agua y determinarse su peso (Procedimiento de recuperación nº 1).
- 20 La disgregación de las cápsulas blandas en ácido clorhídrico al 0,5% se determinó en un baño agitado a 37°C en cápsulas blandas que se habían secado a aproximadamente el 10% de contenido de agua después de la fabricación y a continuación se guardaron 20 días al 33% de humedad del aire. La liberación del contenido de las cápsulas blandas se realizó en todos los Ejemplos después de menos de 20 min.

#### Ejemplo 1

- 25 Según la receta 1, el agua y el plastificante se añadieron inicialmente a un tanque caldeable y en el que se podía hacer el vacío con mecanismo agitador a temperatura ambiente y estos dos componentes se mezclaron a 100 rpm. A continuación se añadió el almidón S1E extrudido muy cuidadosamente a un contenido de agua del 35% y se disolvió durante 5 min a 100 rpm en la mezcla de agua y plastificante. El almidón S1E extrudido se preparó mediante una trituradora a partir del producto extrudido seco (basado en el almidón S1) y presentó una distribución de tamaños de partícula en el intervalo de 30 - 150 µm, así como una proporción del 10% de amilosa de cadena corta (esta amilosa de cadena corta se obtuvo mediante desramificación completa mediante pululanasa de almidón de tapioca y presentó una media numérica del grado de polimerización DPn de 25).

- 35 A esta mezcla se introdujo luego el almidón granular S1, que presentó una media ponderal del peso molecular  $M_w$  de 30.100.000 g/mol y se dispersó en ella durante 5 min a 100 rpm, tras lo cual esta mezcla se calentó a 45°C y se desgasificó durante 5 min a 100 rpm mediante la aplicación de vacío (eliminación de burbujas de aire). La viscosidad dinámica de esta mezcla se encontró a esta temperatura en 5,7 Pas a una tasa de cizallamiento de 1,1/s.

La mezcla caliente se procesó luego mediante un dispositivo de colada según la invención en una película. El dispositivo se representa en la Figura 1. Comprende un tambor calentado giratorio (11), una caja esparcidora (12), una cinta de teflón giratoria (14) y rodillos de desviación (15). La masa de colada (13) solidifica en una película (16).

- 40 El tambor (11) está constituido por un cilindro metálico de 50 cm de diámetro que se calentó a la temperatura TZ de 105°C mediante un líquido calefactor. El número de revoluciones n en el tambor se encontró en 0,6 revoluciones por minuto. La temperatura de colada TG de la mezcla se encontró en 45°C. La mezcla se coló en una película (16) con 25 cm de anchura y 0,7 mm de espesor mediante la caja esparcidora (12) sobre cilindros metálicos giratorios. A lo largo de  $\frac{3}{4}$  del perímetro, la película colada (16) se cubrió con la cinta de teflón que gira conjuntamente (14) para que el contenido de agua en la película permaneciera constante. Después de  $\frac{3}{4}$  de giro, la película se desprendió del cilindro metálico y se transportó posteriormente a un dispositivo de boquilla rotatoria (30) de CS-J1-500R de Chang Sung en la que se procesó adicionalmente a 2 rpm de la boquilla rotatoria dando cápsulas blandas de la forma/tamaño Oval nº 10, rellenas con aceite de soja (véase la Figura 3). Las cápsulas blandas obtenidas fueron completamente transparentes y las mitades de las cápsulas blandas se habían soldado bien entre sí, las cápsulas frescas mostraron buena estabilidad dimensional y pudieron limpiarse y secarse en el tambor. No se observaron granos de almidón birrefringentes en las cápsulas blandas. La temperatura de la masa de la película en el tambor después de  $\frac{3}{4}$  de giro se encontró en 91°C.

- 55 Una imagen de microscopio óptico de una película de almidón que se almacenó durante 7 meses sobre bromuro de sodio (humedad relativa del aire del 58%) se muestra en la Figura 4. Puede apreciarse bien que la película está constituida por granos de almidón unidos entre sí. La Figura 5 muestra una imagen de microscopio óptico de una

película de almidón que se almacenó durante 7 meses sobre cloruro de magnesio (humedad relativa del aire del 33%). Para comparación, en la Figura 6 se muestra una película de almidón extrudida según la patente EP 1 103 254 B1. Mediante la extrusión se destruyeron todas las partículas de almidón, de manera que ya no son detectables mediante microscopía óptica.

- 5 Los módulos E de películas del Ejemplo 1 que se han almacenado durante 2 semanas a humedades relativas del aire del 33%, 43%, 57% y 75% se encontraron en 23 MPa, 3,4 MPa, 3,7 MPa y 3,3 MPa, mientras que los módulos E de las películas de la misma composición que, sin embargo, se ha preparado mediante extrusión, en dirección longitudinal a las mismas humedades del aire, se encontraron en 4,5 MPa, 0,7 MPa, 0,9 MPa y 0,4 MPa.

Ejemplo 1a

- 10 Se repitió el Ejemplo 1. El almidón extrudido S1E y el almidón granular se mezclaron juntos dando la mezcla de agua y plastificante. Se demostró que el orden en la fabricación de la mezcla de colada no tuvo efecto sobre el posterior procesamiento y las propiedades de producción.

Ejemplo 1b

- 15 Se repitió el Ejemplo 1. La mezcla de colada acabada se almacenó a temperatura ambiente dos horas antes del procesamiento posterior, sin que esto tuviera un efecto sobre el posterior procesamiento o la propiedad del producto.

Ejemplo 1c

Se repitió el Ejemplo 1. La mezcla de colada acabada se almacenó a 45°C dos horas antes del procesamiento posterior, sin que esto tuviera un efecto sobre el posterior procesamiento o la propiedad del producto.

Ejemplo 2

- 20 Análogamente al Ejemplo 1, en lugar del 38% de agua, la masa de colada presentó un contenido de agua del 35%. La temperatura del tambor se ajustó a 108°C. La temperatura de la masa de la película sobre el tambor se encontró después de  $\frac{3}{4}$  de giro en 93°C.

Ejemplo 3

- 25 Análogamente al Ejemplo 1, en lugar del 38% de agua, la masa de colada presentó un contenido de agua del 41,1%. La temperatura del tambor se ajustó a 103°C. La temperatura de la masa de la película sobre el tambor se encontró a  $\frac{3}{4}$  de giro en 89°C.

Ejemplo 4

- 30 Análogamente al Ejemplo 1, la proporción de almidón S1E extrudida en la masa de colada aumentó del 2,28% al 4,49%, por lo que la viscosidad dinámica ascendió a 45°C a una tasa de cizallamiento de 1,1/s de 5,7 Pas a 21 Pas. La temperatura del tambor se ajustó a 105°C. La temperatura de la masa de la película sobre el tambor se encontró a  $\frac{3}{4}$  de giro en aproximadamente 90°C.

Ejemplo 5

- 35 Análogamente al Ejemplo 1, el almidón de tapioca reticulado hidroxipropilado S1 se sustituyó por el almidón de tapioca nativo S2 y el almidón S1E por el almidón pregelatinizado S2P. La temperatura del tambor se ajustó a 111°C. La temperatura de la masa de la película sobre el tambor se encontró después de  $\frac{3}{4}$  de giro en aproximadamente 96°C.

- 40 Los almidones S2 y S2P presentaron antes del procesamiento una media ponderal del peso molecular  $M_w$  de 22.690.000 g/mol y el almidón extraído de las cápsulas blandas preparadas con el mismo presentó un peso molecular  $M_w$  de 21.340.000, es decir, el peso molecular solo se redujo mínimamente en la fabricación de las cápsulas blandas (véase la Figura 13).

Ejemplo 6

Análogamente al Ejemplo 1, se aumentó el contenido de glicerol. La temperatura del tambor se ajustó a 102°C. La temperatura de la película después de  $\frac{3}{4}$  de giro se encontró en 88°C.

Ejemplo 7

- 45 Análogamente al Ejemplo 1, el almidón de tapioca reticulado hidroxipropilado S1 se sustituyó por el almidón de patata ceroso nativo S4. La temperatura de la mezcla de colada se encontró en 40°C. La temperatura del tambor se ajustó a 102°C. La temperatura de la película después de  $\frac{3}{4}$  de giro se encontró en 87°C.

Ejemplo 8

5 Análogamente al Ejemplo 1, el almidón de tapioca reticulado hidroxipropilado S1 se sustituyó por el almidón de patata hidroxipropilado S5 y el almidón S1E por el almidón de patata hidroxipropilado pregelatinizado S5P. La temperatura de la mezcla de colada se encontró en 40°C. La temperatura del tambor se ajustó a 101°C. La temperatura de la película después de ¼ de giro se encontró en 86°C.

10 Los almidones S5 y S5P presentaron antes del procesamiento una media ponderal del peso molecular  $M_w$  de 13.530.000 g/mol y el almidón extraído de las cápsulas blandas preparadas con el mismo presentó en una primera medición un peso molecular  $M_w$  de 13.490.000, en una segunda medición de 15.460.000, es decir, el peso molecular prácticamente no cambió en la fabricación de las cápsulas blandas. El aparente aumento del peso molecular en la segunda medición podría atribuirse a que la precisión de las mediciones de peso molecular está limitada a los altos pesos moleculares.

Ejemplo 9

Análogamente al Ejemplo 1, el almidón extrudido S1E se sustituyó por el almidón pregelatinizado S1P.

15 Los almidones S1 y S1P presentan una media ponderal del peso molecular  $M_w$  de 30.100.000 g/mol. El análisis del peso molecular para el almidón en las cápsulas blandas correspondientes dio en una primera medición un peso molecular  $M_w$  de 21.340.000 g/mol y en una segunda medición un peso molecular  $M_w$  de 20.220.000 g/mol, es decir, el peso molecular solo se redujo insignificamente mediante el procedimiento. Especialmente en comparación con el procedimiento de extrusión en el que el almidón S1 tan solo presentó un peso molecular  $M_w$  de 920.000 g/mol, aunque se extruyó bajo las condiciones más cuidadosas posibles, es decir, a alto contenido de agua y bajas velocidades de cizallamiento.

Ejemplo 9a

25 Se repitió el Ejemplo 9. El almidón extrudido S1E se sustituyó por el almidón S1 (como almidón disuelto) y después de la adición de este almidón S1 a la mezcla de agua y plastificante este almidón S1 se desestructuró en esta mezcla por calentamiento a 90°C. Después del posterior enfriamiento a una temperatura por debajo de 45°C, entonces se mezcló el almidón granular S1 (como almidón granular). Esto no tuvo efecto alguno sobre el siguiente procedimiento y las propiedades de producto.

Ejemplo 9b

30 Se repitió el Ejemplo 9a. Para evitar el enfriamiento, el procedimiento se simplificó desestructurando el almidón S1 (como almidón disuelto) solo en una parte de la mezcla de agua-plastificante y a continuación se introdujeron el resto de agua y plastificante a temperatura ambiente para reducir la temperatura a por debajo de 45°C.

Ejemplo 10

Análogamente al Ejemplo 9. El almidón pregelatinizado S1P se sustituyó por el almidón pregelatinizado S6P. Aquí también pueden aplicarse las mismas formas de proceder que se describen en los Ejemplos 9a y 9b para desestructurar el almidón S6 (como almidón disuelto).

35 Ejemplos 11 a 13

40 Análogamente al Ejemplo 1. En estos Ejemplos, el almidón disuelto S1E se sustituyó por los espesantes V1, V2 y V3, por lo que pudo acelerarse el comportamiento de disgregación de las cápsulas blandas de almidón en medio acuoso ácido. Para disolver los espesantes V2 (xantana) y V3 (Locust Bean Gum, goma de semilla de algarroba) en la mezcla de agua y plastificante, análogamente al Ejemplo 9a, la mezcla de agua, plastificante y polisacárido se calentó a 90°C y luego se enfrió a una temperatura por debajo de aproximadamente 45°C, antes de que se añadiera el almidón granular. Aquí también puede aplicarse la misma variante que en el Ejemplo 9b para evitar un enfriamiento activo de la mezcla de agua, plastificante y polisacárido disuelto.

Ejemplos 14 a 16

45 Análogamente al Ejemplo 1. En estos Ejemplos, el almidón disuelto S1E se sustituyó por distintas dextrinas de tapioca S7, S8 y S9, por lo que pudo acelerarse el comportamiento de disgregación de las cápsulas blandas de almidón en medio acuoso ácido. Para disolver las dextrinas S7 y S8 en la mezcla de agua y plastificante, análogamente al Ejemplo 9a, la mezcla de agua, plastificante y polisacárido se calentó a 90°C y luego se enfrió a una temperatura por debajo de alrededor de 45°C, antes de añadir el almidón granular (almidón 1 según la Tabla 1). Aquí también puede aplicarse la misma variante que en el Ejemplo 9b para evitar un enfriamiento activo de la mezcla de agua, plastificante y almidón.

Ejemplo 17

En todas las cápsulas blandas de almidón obtenidas de los Ejemplos 1 a 17 pudieron recuperarse las partículas de

almidón originales disponiendo en agua y haciendo visible bajo el microscopio mediante tinción con solución de Lugol.

Una imagen de microscopio óptico del almidón granular de tapioca sin procesar S1 del Ejemplo 1 se encuentra en la Figura 7.

- 5 La Figura 8 muestra el cambio de este almidón bajo la influencia de la temperatura. Se preparó la muestra suspendiendo 20% en peso de almidón en agua en un tubo de ensayo y se calentó durante 5 min en el baño de agua a 70°C. Después de enfriarse a temperatura ambiente, el almidón se tiñó con yodo y se examinó al microscopio. Aunque la Figura 7 muestra pequeñas partículas de almidón birrefringentes, se aprecia que las partículas en la Figura 8 están hinchadas y ya no muestran birrefringencia.
- 10 La Figura 9 muestra partículas de almidón que se recuperaron de cápsulas blandas. Para esto, cápsulas blandas del Ejemplo 1 se almacenaron inicialmente durante 7 meses sobre cloruro de magnesio (humedad relativa del aire: 33%). Se preparó una muestra manteniendo aproximadamente 100 mg de la cápsula blanda en 7 g de agua con agitación con un agitador magnético durante 30 min a 70°C, disgregándose el material en partículas. Después del enfriamiento, se tiñó con yodo. Estas partículas de almidón de la película están más fuertemente teñidas y están
- 15 más fuertemente diluidas, pero no se diferencian esencialmente de aquellas en la Figura 8 que pudieron obtenerse por el calentamiento del almidón suspendido. Con esto se demuestra que la cápsula blanda está constituida por granos de almidón desestructurados.

#### Ejemplo 18

El Ejemplo 17 se repitió con el almidón de patata S5 y las cápsulas blandas según el Ejemplo 8.

- 20 Una imagen de microscopio óptico bajo polarizadores cruzados del almidón sin procesar S5 del Ejemplo 8 se encuentra en la Figura 10. En los granos mayores pueden apreciarse bien las cruces de malta que son típicas de almidón nativo.

La Figura 11 muestra el cambio de este almidón después del calentamiento a 70°C. La Figura 12 muestra partículas de almidón que se recuperaron de cápsulas blandas según el Ejemplo 8 que se almacenaron durante 7 meses sobre bromuro de sodio (humedad relativa del aire: 58%).

- 25 Son análogos a los granos de almidón de la Figura 11, sin embargo están más fuertemente teñidos y más fuertemente diluidos. Con esto se demuestra que la cápsula blanda está constituida por granos de almidón desestructurado que pueden convertirse en una suspensión y pueden recuperarse mediante sedimentación.

#### Ejemplo 19

- 30 La Figura 4 muestra una imagen de microscopio óptico de una película de almidón según la invención para la fabricación de una cápsula blanda según el Ejemplo 1. Se separó una capa muy fina de película de almidón con la cuchilla de afeitar y encima se añadió una gota de solución de yodo (los sitios oscuros se tiñeron más fuertemente). Este preparado se comprimió luego a mano entre dos portaobjetos para reducir todavía más el espesor de la película. Los espesores de película resultantes presentaron aproximadamente el espesor de dos granos de almidón,
- 35 de manera que los granos se apilaron parcialmente. No obstante, se aprecia bien que la película está constituida por un empaquetamiento denso de granos de almidón desestructurado (ya no pudo apreciarse birrefringencia).

La Figura 5 muestra una imagen de microscopio óptico de una película de almidón según la invención para la fabricación de una cápsula blanda según el Ejemplo 1. Para visualizar los granos de almidón individuales en comparación con la Figura 4, la película de almidón obtenida con la cuchilla de afeitar a 70°C se hinchó brevemente, los granos de almidón se tiñeron con yodo y la película se comprimió a mano entre dos portaobjetos, de manera que el espesor de pared se correspondió algo con el espesor de los granos. Los granos se hinchan debido al hinchamiento a 70°C y, por tanto, son algo mayores que en la Figura 4.

- 40

#### Ejemplo 20

La Figura 6 muestra una imagen de microscopio óptico de una película de almidón extrudida no según la invención para la fabricación de una cápsula blanda según la patente EP 1 103 254 B1 con el factor de aumento 150 (se muestra una vista fragmentaria de la película con una anchura de 0,57 mm). Dado que el almidón se ha disuelto completamente, ya no están disponibles partículas de almidón. Con el Procedimiento de recuperación 2 resultó todavía una proporción en masa de aproximadamente el 1,5% de la película seca, que pudo sedimentar en la solución y puede atribuirse a aditivos no solubles.

- 50 Ejemplo 21

Las distribuciones de masas molares del almidón sin procesar S2 y del almidón procesado para dar una cápsula blanda según la invención S2 según el Ejemplo 5 se compararon entre sí. Para ello, la solución de la muestra de almidón o de la muestra de cápsulas blandas se realizó mediante cocción a presión bajo condiciones definidas en un miniautoclave y la investigación de la distribución de masas molares del almidón molecular dispersamente disuelto

se realizó mediante GPC-MALLS.

Para ello, las muestras de almidón se suspendieron a una concentración del 3% en peso de sustancia seca en agua. Esta suspensión se calentó en un miniautoclave con agitación. Después de alcanzarse 150°C, la temperatura se mantuvo durante 20 minutos. A continuación, la solución se enfrió a 60°C, se diluyó al 0,3% en peso, se filtró con un filtro de membrana de 5 µm y se midió en GPC-MALLS.

Las distribuciones de masas molares obtenidas se representan en la Figura 13, designando A la muestra del almidón de partida S2 y B la muestra de cápsulas blandas según el Ejemplo 5. Como masa molar promedio del almidón de partida resulta  $M_w = 22,69 \times 10^6$  g/mol y como masa molar del almidón que se recuperó de la cápsula blanda resulta  $M_w = 21,84 \times 10^6$  g/mol. Puede constatarse que la masa molar relativamente alta de la muestra de partida no se degradó significativamente mediante el procesamiento para dar una cápsula blanda. Los almidones de partida y el almidón procesado se encuentran en un intervalo de masas molar comparable.

#### Métodos de medición

Se determinaron las viscosidades dinámicas con ayuda de un viscosímetro Brookfield del tipo LVDV-1+ a una tasa de cizallamiento de 1,1/s (5 rpm, husillo 25) y las temperaturas especificadas.

Las propiedades mecánicas (alargamiento a la rotura, módulo E) se midieron en un sistema de ensayo Instron 5542 según la Norma ISO 527.

Los contenidos de agua se midieron por secado sobre pentóxido de fósforo a 80°C durante 48 h.

Se realizaron GPC-MALLS mediante un módulo de separación Alliance 2695 de la empresa Waters, detector de DRI 2414 de la empresa Waters y detector de MALLS Dawn-HELEOS de Wyatt Technologie Inc., Santa Barbara, EE.UU., con una longitud de onda  $\lambda = 658$  nm y una celda de flujo K5. Columnas: Conjunto de columna SUPREMA-Gel, límites de exclusión S30000 con 108-106, S1000 con  $2 \times 10^6$ - $5 \times 10^4$ , S100 con 105-103. Eluyente: DMSO con  $\text{NaNO}_3$  0,09 M, temperatura: 70°C, evaluación: software Astra 5.3.0.18. Para todas las sondas se supuso un incremento del índice de birrefringencia  $dn/dc$  de 0,068.

La determinación del constituyente insoluble en la película se realizó del siguiente modo: primero se almacenaron durante 2 meses las cápsulas blandas secadas al 57% de humedad del aire. Se hinchó y se disolvió una cantidad de muestra de 100 – 150 mg (masa seca M0) en forma de un trozo de película de la cubierta de la cápsula blanda de 0,5 mm de espesor a 70°C junto con 7 g de agua desmineralizada en un tubo de ensayo durante 30 min bajo agitación lenta con un agitador magnético. Después se centrifugó el tubo de ensayo hasta que sedimentaron los constituyentes sin disolver y el sobrenadante se volvió transparente. El sobrenadante se decanta luego. Luego se añaden 7 g de agua desmineralizada y se agitan con el sedimento, así como se centrifugan de nuevo y luego se decantan. Este proceso se repite de nuevo para garantizar que ya no se encuentran constituyentes solubles en el sedimento. Este sedimento está constituido por almidón no disuelto en una película constituida por almidón y plastificante. Finalmente, el sedimento se seca durante 48 h a 80°C sobre pentóxido de fósforo y a partir de él se determina la masa seca (M1). La proporción de la masa que puede recuperarse después del proceso de disolución puede resultar, por tanto, en % en peso, en  $100 \times M1/M0$ . La proporción de almidón que puede recuperarse después del proceso de disolución resulta en una película de almidón constituida por almidón y plastificante, en % en peso, en  $100 \times M1/(M0 \times (1-(WM/100)))$ , en la que WM es la proporción en % en peso del plastificante de mezcla seca. Generalmente, la película de almidón presenta, además de las partículas de almidón, como máximo proporciones mínimas de constituyentes insolubles, tales como, por ejemplo, pigmentos (típicamente < 0,5%) o cargas tales como dióxido de titanio (normalmente < 1,5%). Aquellos constituyentes se restan dado el caso en la masa seca M0 y la masa M1.

Tabla 1

| Ejemplo | Formulación de la mezcla de colada |                  |        | Viscosidad de la mezcla de colada |                  |      | Película fresca |                  |        | Rec.  |          |              |
|---------|------------------------------------|------------------|--------|-----------------------------------|------------------|------|-----------------|------------------|--------|-------|----------|--------------|
|         | Almidón granular                   | Almidón disuelto | Espes. | Almidón granular                  | Almidón disuelto | SCA  | Espes.          | H <sub>2</sub> O | Plast. |       | Módulo E | Alargamiento |
|         | [%]                                | [%]              | [%]    | [%]                               | [%]              | [%]  | [%]             | [%]              | [%]    | [MPa] | [%]      | [%]          |
| 1       | S1                                 | S1E              | -      | 38,97                             | 2,28             | 0,25 | -               | 38,0             | 20,5   | 0,03  | 386      | 36,5         |
| 2       | S1                                 | S1E              | -      | 40,85                             | 2,39             | 0,27 | -               | 35,0             | 21,5   | 0,04  | 430      | 34,2         |
| 3       | S1                                 | S1E              | -      | 37,06                             | 2,17             | 0,24 | -               | 41,1             | 19,5   | 0,02  | 531      | 40,0         |
| 4       | S1                                 | S1E              | -      | 36,54                             | 4,49             | 0,50 | -               | 38,0             | 20,5   | 0,03  | 420      | 37,0         |
| 5       | S2                                 | S2P              | -      | 38,97                             | 2,28             | 0,25 | -               | 38,0             | 20,5   | 0,03  | 452      | 36,8         |
| 6       | S1                                 | S1E              | -      | 39,08                             | 2,29             | 0,25 | -               | 33,5             | 24,9   | 0,02  | 510      | 33,1         |
| 7       | S4                                 | S1E              | -      | 38,98                             | 2,28             | 0,25 | -               | 38,0             | 20,4   | 0,14  | 148      | 35,8         |
| 8       | S5                                 | S5P              | -      | 39,42                             | 1,88             | 0,21 | -               | 38,0             | 20,5   | 0,03  | 430      | 36,5         |
| 9       | S1                                 | S1P              | -      | 39,43                             | 2,09             | -    | -               | 38,0             | 20,5   | 0,04  | 421      | 36,7         |
| 10      | S1                                 | S6P              | -      | 39,45                             | 2,09             | -    | -               | 38,0             | 20,5   | 0,02  | 523      | 34,3         |
| 11      | S1                                 | -                | V1     | 41,11                             | -                | -    | 0,41            | 38,0             | 20,5   | 0,05  | 440      | 37,9         |
| 12      | S1                                 | -                | V2     | 41,32                             | -                | -    | 0,21            | 38,0             | 20,5   | 0,04  | 508      | 37,7         |
| 13      | S1                                 | -                | V3     | 41,11                             | -                | -    | 0,41            | 38,0             | 20,5   | 0,04  | 467      | 37,8         |
| 14      | S1                                 | S7               | -      | 33,24                             | 8,30             | -    | -               | 38,0             | 20,5   | 0,03  | 507      | 37,2         |
| 15      | S1                                 | S8               | -      | 33,23                             | 8,30             | -    | -               | 38,0             | 20,5   | 0,02  | 563      | 37,4         |
| 16      | S1                                 | S9               | -      | 36,56                             | 5,02             | -    | -               | 38,0             | 20,5   | 0,02  | 499      | 35           |

**Leyendas para la Tabla 1**

Almidón granular:

S1 almidón de tapioca reticulado hidroxipropilado (Creamtex 75725 de Cerestar)

S2 almidón de tapioca nativo (de Cerestar)

5 S4 almidón de patata ceroso (Eliane 100 de AVEBE)

S5 almidón de patata hidroxipropilado (Emden KH 15 de Emsland)

Almidón disuelto:

S1E almidón S1, extrudido, que contiene 10% de amilosa de cadena corta

S1P almidón S1, pregelatinizado

10 S2P almidón S2, pregelatinizado

S5P almidón S5, pregelatinizado

S6P almidón hidroxipropilado (Emcol H7 de Emsland), pregelatinizado

S7 dextrina de tapioca (Cleargum TA 90 de Roquette)

S8 dextrina de tapioca (Tapioca Dextrin 11 de Tate&Lyle)

15 S9 mezcla de 50% de almidón S1P y 50% de dextrina de tapioca (Dextrin D-400 de Cerestar)

Espes. (espesante):

V1 goma guar (Meypro Guar CSAA M-200 de Meyhall/Rhodia)

V2 goma xantana (Keltrol HP E415 de Kelco)

V3 goma de semilla de algarroba (Meypro LBG Fleur M-175 de Meyhall/Rhodia)

20 Plast: Glicerol como plastificante

Todos los datos en % en % en peso referidos al 100% en peso de la mezcla de colada total

Las propiedades mecánicas (módulo E y alargamiento) de la película fresca se midieron a una temperatura de 25°C, 10 min después de la fabricación de la película.

Rec.: Recuperación según el Procedimiento de recuperación nº 1

25

**REIVINDICACIONES**

1. Cápsula blanda a base de almidón, que comprende
  - a) > 40% en peso de la cápsula blanda seca, después de retirar el plastificante, de almidón,
  - b) 15 – 70% en peso de la cápsula blanda seca de plastificante y
- 5 c) 0,1 – 50% en peso de la cápsula blanda total de agua,  
 en donde la cápsula blanda presenta partículas de almidón unidas entre sí, especialmente partículas de almidón desestructurado unidas entre sí.
2. Cápsula blanda a base de almidón según la reivindicación 1, en donde las partículas unidas entre sí son almidón desestructurado al menos hasta la Etapa 2.1, en donde el almidón con una desestructuración de la Etapa 2.1 se caracteriza por que el 40-50% de los granos de almidón al microscopio de polarización ya no son birrefringentes.
- 10 3. Cápsula blanda a base de almidón según la reivindicación 1 o 2, en donde las partículas unidas entre sí son almidón desestructurado al menos hasta la Etapa 3.6, en donde el almidón con una desestructuración de la Etapa 3.6 se caracteriza por que como máximo el 5% de los granos de almidón al microscopio de polarización son birrefringentes y el 70-100% de los granos de almidón se han reventado.
- 15 4. Cápsula blanda a base de almidón según una de las reivindicaciones 1 a 3 precedentes, en donde el almidón es un almidón de raíces o una mezcla de almidones de raíces, en particular almidón de patata y/o almidón de tapioca.
5. Cápsula blanda a base de almidón según una de las reivindicaciones 1 a 4 precedentes, en donde el almidón se emplea en estado nativo.
- 20 6. Cápsula blanda a base de almidón según una de las reivindicaciones 1 a 5 precedentes, en donde la cápsula blanda comprende espesante de como máximo el 50% en peso, referido a la cápsula blanda seca y después de retirar el plastificante.
7. Cápsula blanda según una de las reivindicaciones 1 a 6 precedentes, en donde la cápsula blanda comprende aditivos y adyuvantes habituales.
- 25 8. Cápsula blanda a base de almidón según las reivindicaciones 1 a 7 precedentes, en donde la cápsula blanda presenta una matriz de partículas de almidón desestructurado unidas entre sí.
9. Cápsula blanda a base de almidón según una de las reivindicaciones 1 a 8 precedentes, en donde el almidón en la cubierta de la cápsula blanda presenta una proporción de al menos el 30%, que después de la disolución de la cápsula blanda a 70°C durante 30 min está presente en forma de partículas y puede recuperarse mediante sedimentación.
- 30 10. Cápsula blanda a base de almidón según una de las reivindicaciones 1 a 9 precedentes, en donde la cubierta de la cápsula blanda seca presenta una proporción de al menos el 25% en peso de contenido de sólidos, que después de la disolución de la cápsula blanda a 70°C durante 30 min puede recuperarse mediante sedimentación.
- 35 11. Cápsula blanda a base de almidón según una de las reivindicaciones 1 a 10 precedentes, en donde la media ponderal de la distribución de peso molecular del almidón en la cápsula blanda fabricada asciende al menos a 500.000 g/mol, de preferencia al menos a 2.500.000 g/mol.
12. Cápsula blanda a base de almidón según una de las reivindicaciones 1 a 11 precedentes, en donde la cápsula blanda comprende gelatina de 0% en peso o como máximo de 5% en peso, preferiblemente como máximo de 3% en peso, referido a la cápsula blanda seca y después de retirar el plastificante.
- 40 13. Cápsula blanda a base de almidón según una de las reivindicaciones 1 a 12 precedentes, en donde el contenido de agua de la cápsula blanda asciende como máximo a 40% en peso, preferiblemente como máximo a 30% en peso.
14. Cápsula blanda a base de almidón según una de las reivindicaciones 1 a 13 precedentes, en donde el contenido de agua de la cápsula blanda asciende como mínimo a 1% en peso, preferiblemente como mínimo a 5% en peso.
- 45 15. Película para la fabricación de cápsulas blandas a base de almidón según una de las reivindicaciones 1 a 14 precedentes.
16. Película a base de almidón, que comprende
  - a) > 40% en peso de la película seca, después de retirar el plastificante, de almidón,
  - b) 15 – 70% en peso de la película seca de plastificante y

- c) 0,1 – 50% en peso de la película total de agua,  
en donde la película presenta partículas de almidón desestructurado unidas entre sí.

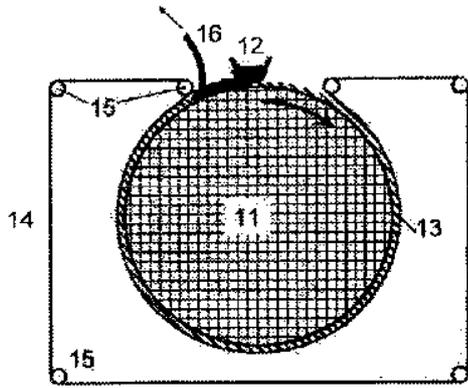


Figura 1

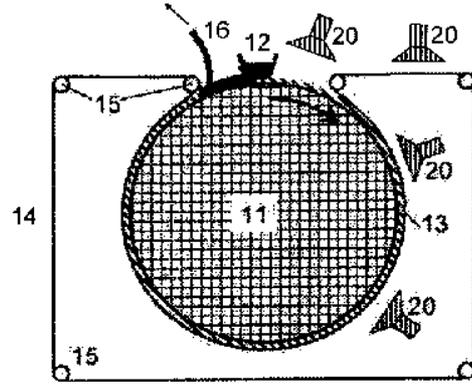


Figura 2

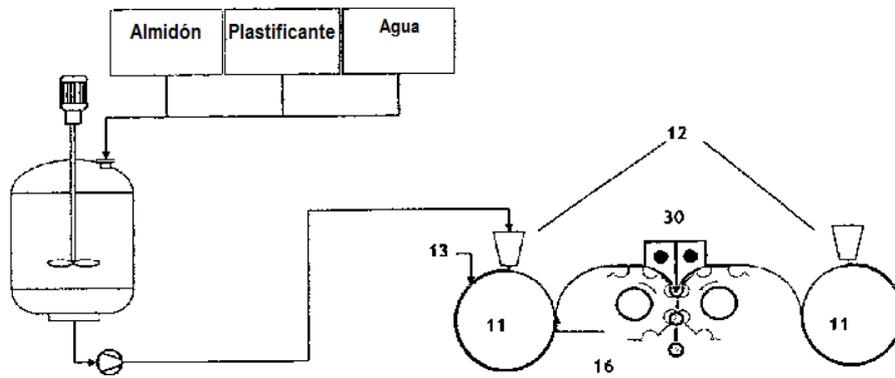


Figura 3

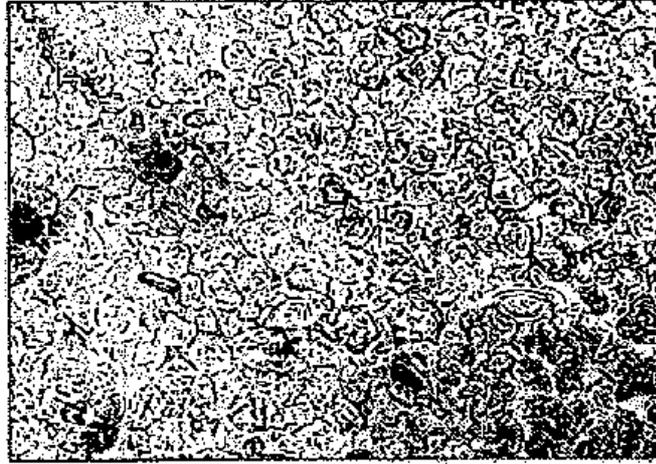


Figura 4

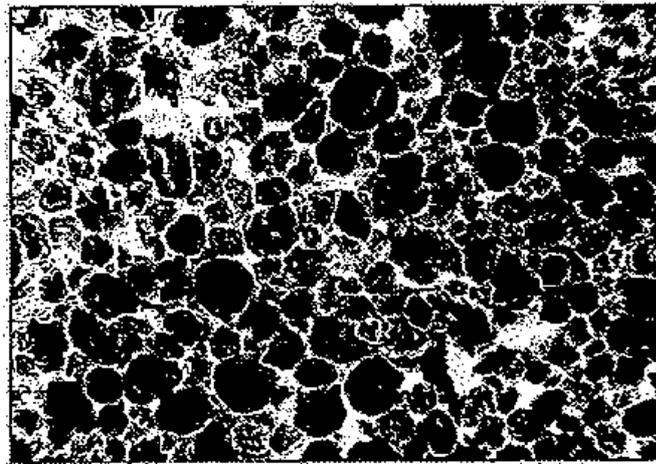


Figura 5

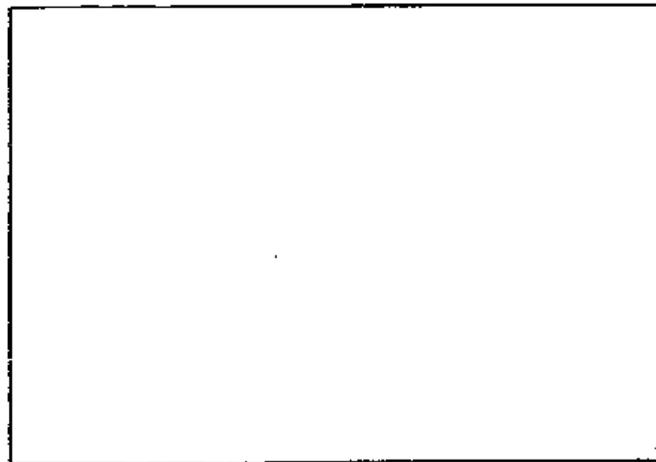


Figura 6

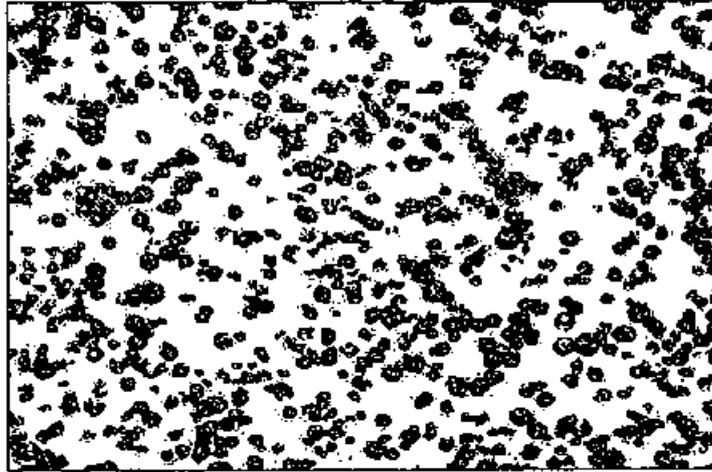


Figura 7

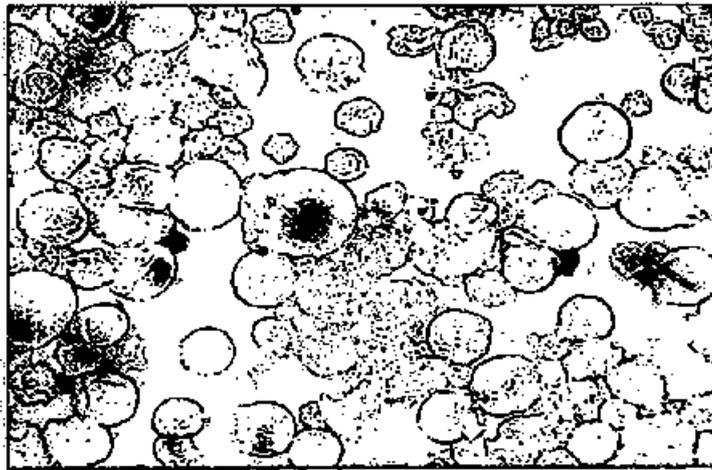


Figura 8

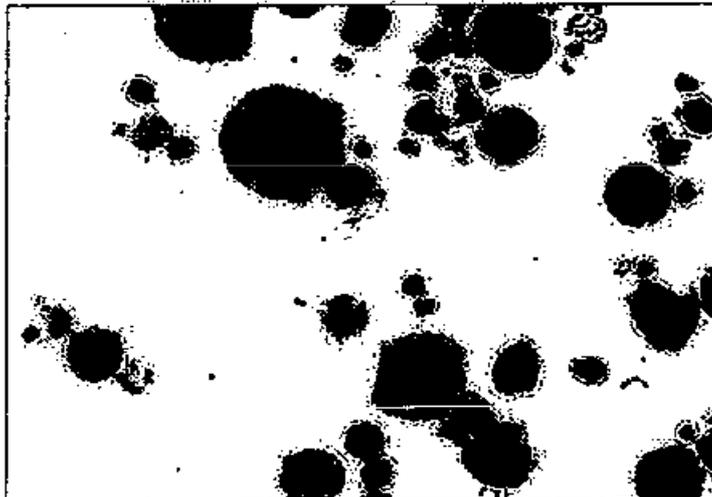


Figura 9

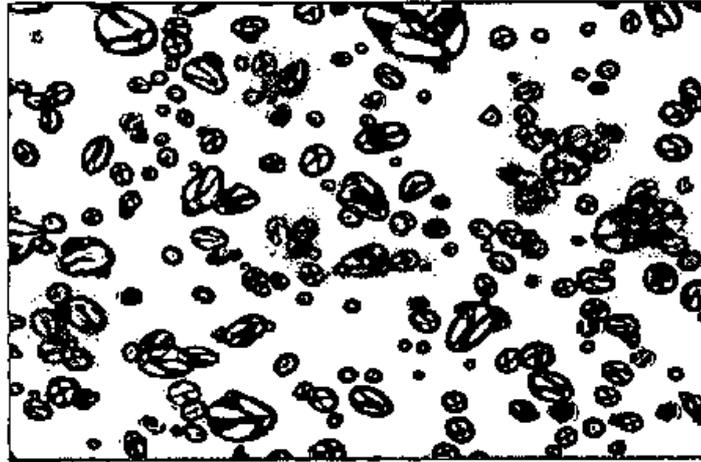


Figura 10



Figura 11



Figura 12

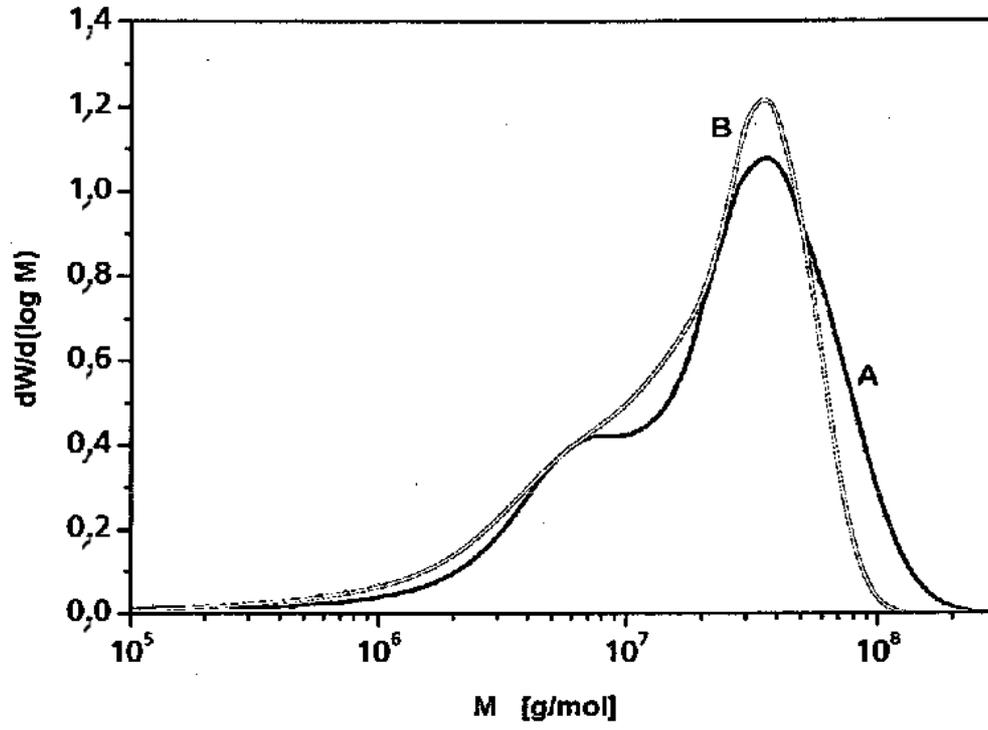


Figura 13