



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 290 334**

(51) Int. Cl.:

**A23L 1/22** (2006.01)

**A23L 1/0532** (2006.01)

**A23L 3/46** (2006.01)

**A23L 1/05** (2006.01)

**A23P 1/04** (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Número de solicitud europea: **02775108 .0**

(86) Fecha de presentación : **15.10.2002**

(87) Número de publicación de la solicitud: **1435797**

(87) Fecha de publicación de la solicitud: **14.07.2004**

(54) Título: **Composiciones en forma encapsulada y método para su preparación.**

(30) Prioridad: **18.10.2001 US 982648**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**16.02.2008**

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**16.02.2008**

(73) Titular/es: **FIRMENICH S.A.**  
**1, route des Jeunes, Case Postale 239**  
**1211 Genève 8, CH**

(72) Inventor/es: **Subramaniam, Anandaraman;**  
**McIver, Robert, Clark;**  
**Vlad, Florin, Joseph y**  
**Benczedi, Daniel**

(74) Agente: **Torner Lasalle, Elisabet**

**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**

Composiciones en forma encapsulada y método para su preparación.

**5 Campo de la invención**

La presente invención concierne a composiciones en forma encapsulada y a un método para la preparación de tales composiciones.

10 Una encapsulación es un proceso mediante el cual uno ó más ingredientes activos son recubiertos ó incorporados (atrapados) dentro de otro material ó sistema. En la industria de las sustancias saborizantes (que proporcionan sabor), la encapsulación de ingredientes que proporcionan sabor sirve para retener el aroma en un producto alimenticio durante el almacenamiento, protegiendo el sabor de interacciones indeseables con el alimento, minimizando interacciones de sabor/sabor, protegiendo contra las reacciones inducidas por la luz u oxidación y proporcionando un liberación controlada del sabor.

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

**20 Antecedentes de la invención**

El secado por atomización es una técnica útil, bien conocida para estabilizar sabores al encapsularlos en una forma sólida, apropiada para muchas aplicaciones.

25 En los polvos secados por atomización, un ingrediente activo tal como un sabor ó una fragancia, usualmente hidrofóbica, es incorporado en forma de gotas líquidas en una matriz solidificada de un portador deshidratado, que consiste en general en carbohidratos, tales como almidones, almidones hidrolizados (maltodextrina), almidones químicamente modificados, polímeros emulsificantes (goma arábiga) y en ciertas instancias monómeros y dímeros de aldohexosas simples ó cualquier combinación de los mismos. Las técnicas de secado por atomización convencionales están perfectamente bien documentadas en la técnica previa. Por ejemplo, véase Spray-Drying Handbook, 4a edición, K. Masters, 30 (1985) u otros libros de referencia en la materia.

El método para la preparación de un polvo secado por atomización comprende en primer lugar comúnmente dispersar un portador en agua y luego mezclar esta dispersión con un sabor antes de la homogeneización para formar una emulsión aceite en agua. La emulsión es luego secada por atomización para producir un sabor en forma de polvo.

Las sustancias saborizantes se secan tradicionalmente por atomización en matrices de carbohidrato solubles en agua. Ya que estas matrices se disuelven en agua fácilmente, las aplicaciones más comunes de las sustancias saborizantes en polvos correspondientes son formulaciones de bebidas secas. Sin embargo, otras aplicaciones en la industria de sustancias saborizantes así como en otros campos tales como perfumería ó los dominios farmacéuticos requieren que los productos secados por atomización tengan un comportamiento en un ambiente acuoso diferente de los polvos secados por atomización tradicionales. En particular, los polvos que son aptos para disolverse en agua más lentamente que la mayoría de los productos secados por atomización disponibles hoy en día y que pueden aún requerir una activación mecánica para la liberación del ingrediente activo encapsulado en la matriz, podrían ser muy útiles para muchas 45 aplicaciones.

Medios para mejorar la dispersión de polvos secados por atomización típicos ya se han descrito en la técnica previa. La aglomeración constituye tales medios y encuentra aplicaciones por ejemplo en café instantáneo. Sin embargo, este proceso no se adapta bien para todas las aplicaciones.

50 Ahora se ha tenido la capacidad de establecer que un ingrediente particular puede ser agregado al portador que constituye la matriz de un producto secado por atomización, y en combinación, con un material de carbohidrato formador de paredes, mejora sorprendentemente el comportamiento del polvo en un ambiente acuoso ó altamente húmedo. Este ingrediente es agar agar.

55 El agar agar es un hidrocoloide, las propiedades físicas de cual son bien conocidas en la técnica. Más particularmente, tiene un uso extenso en alimentos como estabilizador, espesante, humectante y terminador de superficie.

Alguna literatura de patente revela el secado por atomización del agar mismo para proporcionarlo en una forma sólida. Por otra parte, el agar es frecuentemente citado como parte de la lista de materiales susceptibles de constituir portadores en un sistema de encapsulación. Como ejemplo, se puede citar la solicitud WO 98/33394 que revela la mezcla de un agente lastre con un hidrocoloide en forma de un polvo sólido que es usado como agente estabilizante en una amplia variedad de productos. El agar agar se ha descrito asimismo en las patentes US 320175 y GB 911483 como parte de una lista de sustancias que pueden ser utilizadas en procesos de coacervación. Sin embargo, ningún documento de la técnica previa ha apuntado ó aún sugerido la posibilidad de utilizar agar agar en una composición 60 secada por atomización para un propósito específico, cuando es usado en cantidades definidas y en combinación con un material de carbohidrato.

Por ejemplo, en la patente US 5124162 sustancias volátiles son fijadas sobre un sustrato amorfo que contiene carbohidratos que forman película, sin mención alguna a agar agar. En la patente EP 1 106 081 se requieren niveles elevados de carbohidratos formadores de película en especial del orden del 45-70% de la matriz, en comparación con los valores del 1-30% requeridos por la presente invención.

En este momento estamos en condiciones de establecer que, en combinación con el material portador principal, es decir, un carbohidrato y cuando es usado en cantidades específicas, el agar agar es un material co-portador ventajoso para una composición diseñada para ser secada por atomización. De una manera inesperada, esta nueva composición probó ser responsable de un cambio completo en el comportamiento del producto, en un ambiente acuoso ó altamente húmedo y con respecto a las características de liberación del ingrediente activo ahí encapsulado, en comparación con los polvos secados por atomización convencionales.

### Breve descripción de la invención

De este modo, un objeto de la presente invención es una nueva composición secada por atomización, que comprende uno ó más ingredientes activos dispersados en un portador que comprende por lo menos un material de carbohidrato formador de pared y de 1 a 30% en peso de agar agar, en relación con el peso seco de la composición.

Lo que se quiere decir en la presente memoria por "ingrediente activo", hace referencia a un ingrediente líquido, preferiblemente hidrofóbico, que se busca proteger por medio de encapsulación sólida. Puede incluir ingredientes de perfume ó saborizantes volátiles, también como otras clases de ingredientes tales como activos farmacéuticos por ejemplo.

El sistema de la presente invención presenta muchas ventajas. En tanto que un producto secado por atomización típico se disuelve instantáneamente en agua, la composición de acuerdo con la presente invención se comporta de una manera totalmente diferente en tal medio y hace posible proporcionar una liberación controlada del ingrediente activo encapsulado.

Un segundo objeto de la presente invención es un método para la preparación de tal composición secada por atomización y un objeto adicional, su uso para la saborización ó perfumado de productos del consumidor tales como alimentos, bebidas ó composiciones de perfume.

Finalmente, el polvo secado por atomización de la invención puede también ser usado ventajosamente como un producto intermedio ó producto de partida para un método de doble encapsulación, esto es, como un producto sólido susceptible de ser sometido a una encapsulación adicional tal como una extrusión en una matriz vítrea para proporcionar un sistema de administración granular ó a una segunda operación de secado por atomización en una matriz distinta ó similar.

Más objetos, aspectos y ventajas de la invención se harán evidentes a partir de la descripción detallada posteriormente en la presente memoria.

La presente invención concierne así a una composición en forma de un polvo secado por atomización, que comprende uno ó más ingredientes activos dispersados en un portador, en donde el portador comprende por lo menos un material de carbohidrato formador de paredes y de 1 a 30% de agar agar, en relación con el peso seco de la composición. En otra modalidad, la proporción de agar agar en la composición puede estar limitado a 1 a 20% ó aún a 1 a 15% en peso, en relación con el peso seco de la composición.

El producto secado por atomización de la invención que se vuelve muy útil en particular en un ambiente acuoso, en donde proporciona una liberación del ingrediente activo que es bastante distinta de los sistemas típicos conocidos en la técnica previa. Más en particular, la adición de una cierta cantidad de agar agar en la matriz portadora, en combinación con un material de carbohidrato formador de pared, prueba proporcionar una estructura que se hincha casi instantáneamente en la hidratación y forma un gel, en donde la movilidad del ingrediente activo, en forma de gotas de aceite, está restringida. Como consecuencia, aún cuando el agua en exceso está presente, el gel que contiene las gotas de aceite permanece intacto. Por consiguiente, si las partículas de polvo hidratadas se dejan sin alterar, esto es, no sometidas a esfuerzo cortante constante a temperatura ambiente, pueden retener su integridad durante por lo menos 2 semanas, después de lo cual, la liberación del aceite de las partículas hidratadas, cuando son desespumadas bajo presión, es observable. Así, en tanto que los productos secados por atomización típicos se disuelven instantáneamente en un ambiente acuoso, proporcionando una liberación instantánea del ingrediente activo encapsulado, el sistema de la invención proporciona una liberación controlada de la sustancia activa. Bajo otra clase de activación tal como fuerza cortante ó calor, la sustancia activa se liberará del polvo seco.

El polvo secado por atomización de la invención también presenta una estabilidad particularmente ventajosa en un medio de la alta humedad relativa. Por consiguiente, contrario a los polvos conocidos a la fecha, el sistema de administración de la invención puede ser almacenado ó transportado en tanto que protege de una manera efectiva el ingrediente activo encapsulado en el mismo.

## ES 2 290 334 T3

El portador de la composición secada por atomización comprende por lo menos un material de carbohidrato formador de paredes y de 1 a 30% de agar agar que puede estar en una forma parcialmente hidratada. Esta combinación es responsable del efecto técnico descrito anteriormente.

5        Materiales de carbohidratos formadores de paredes apropiados son sustratos tales como acetato de polivinilo, alcohol polivinílico, dextrinas, almidón natural ó modificado, pectinas, xantanas, alginatos ó también derivados de celulosa tales como por ejemplo carboximetil celulosa, metil celulosa ó hidroxietilcelulosa. En una modalidad particular de la invención, el material de carbohidrato es seleccionado del grupo que consiste en una maltodextrina, un jarabe de maíz, un almidón modificado químicamente, un almidón hidrogenado hidrolizado y un almidón succinilado ó hidrolizado.

10        La composición de la invención comprende comúnmente de 70 a 99% en peso, en relación con el peso seco de la composición, del material de carbohidrato formador de paredes. Preferiblemente, contiene de 40 a 80% del material del carbohidrato.

15        En una modalidad preferida, la composición de matriz comprende además un plastificante tal como un azúcar ó derivado de azúcar, tal como sacarosa, glucosa, lactosa, levulosa, fructosa, maltosa, ribosa, dextrosa, isomalta, sorbitol, manitol, xilitol, lactitol, maltitol, pentatol, arabinosa, pentosa, xilosa, galactosa. Comúnmente, las composiciones de la invención pueden comprender de 0.01 a 50% en peso, en relación con el peso del producto seco, del plastificante.

20        Una matriz de agar agar, que comprende además maltodextrina en mezcla con uno de los azúcares mencionados anteriormente, en particular sacarosa, es particularmente apreciada.

Además de los carbohidratos y plastificantes, la composición de la invención puede comprender un emulsionante diseñado para promover una mezcla homogénea del aceite en la mezcla a base de carbohidrato antes del secado por atomización. La naturaleza y cantidad apropiada del emulsionante pueden ser determinadas críticamente por el operador del proceso sin experimentación indebida. Comúnmente, proporciones de 1 a 30% en peso, en relación con el peso seco de la composición, pueden ser usadas.

30        Muchos emulsionantes apropiados son conocidos en el mercado. Ejemplos típicos incluyen lecitina de soja, Capsul<sup>®</sup> (almidón de maíz modificado de National Starch), ésteres de ácido cítrico de ácidos grasos y polímeros emulsionantes tales como goma arábica, pero otros emulsionantes apropiados son citados en textos de referencia tales como Food Emulsifiers and their Applications, 1997, editado G. L. Hasenhuettl y R. W. Hartel, USA.

35        Finalmente, la composición de la invención, que está inicialmente en forma de una emulsión acuosa, contiene, antes de ser secada por atomización, de 50 a 90% de agua, preferiblemente de 60 a 85% en peso de agua, en relación con el peso total de la emulsión.

40        El ingrediente activo dispersado en el portador de la composición secada por atomización de la invención será preferiblemente un sabor hidrofóbico ó ingrediente de fragancia ó composición de uso actual. Sin embargo, la polaridad ó solubilidad en agua del ingrediente activo pueden ser escogidas como función del retraso deseado de la liberación para una aplicación dada. En efecto, los componentes más hidrofílicos serán liberados más rápido, ya que son aptos de dividirse en la fase acuosa externa.

45        Los términos "ingrediente ó composición saborizante y fragancia" tal como se usan en la presente memoria se considera que definen una variedad de materias o sustancias que proporcionan sabor y fragancia tanto de origen natural como sintético. Incluyen compuestos individuales y mezclas. La composición de la invención puede encapsular componentes volátiles ó lábiles en forma líquida, preferiblemente hidrofóbica. Ejemplos específicos de tales componentes pueden ser encontrados en la literatura actual, por ejemplo en Fenaroli Handbook of Flavor Ingredients, 1975, CRC Press; Synthetic Food Adjuncts, 1947 por M. B. Jacobs, editado por Van Nostrand ó Perfume and Flavor Chemicals por S. Arctander 1969, Montclair, N. J. (USA). Estas sustancias son bien conocidas para la persona experimentada en la técnica de perfumería, saborizantes y/o productos del consumidor aromatizantes, esto es, de impartir un olor y/o un sabor ó gusto al producto del consumidor tradicionalmente perfumado ó saborizado ó de modificar el olor y/o gusto de tal producto del consumidor.

55        Los extractos naturales pueden también ser encapsulados según el sistema de la invención; éstos incluyen por ejemplo extractos de cítricos tales como limón, naranja, lima, uva ó aceites de mandarina ó café, té, menta, cacao, vainilla ó aceites esenciales de hierbas y especias, entre otros.

60        Las proporciones del ingrediente activo en la composición están comprendidas entre 0.1 a 60% en peso, en relación con el peso seco de la composición. En una modalidad particular, la proporción del ingrediente activo está comprendida entre 20 y 50%.

65        Otro objeto de la invención es un método para la preparación de un polvo secado por atomización, que comprende las etapas de emulsionar el ingrediente activo con una solución acuosa del portador de matriz que comprende por lo menos un material de carbohidrato formador de paredes y de 1 a 30%, ó de 1 a 20% ó aún de 1 a 15% de agar agar; homogeneizar la emulsión y secado por atomización de la última para formar un producto en partículas.

Una ventaja particular del proceso de acuerdo con la invención radica en el hecho de que las composiciones que comprenden una combinación de agar agar con un carbohidrato, como se describe en la presente memoria, demuestran una retención del ingrediente activo (aceite) que ventajosamente no es afectada por una variación en el contenido de sólidos de la emulsión acuosa de partida. Más en particular, en los procesos de secado por atomización clásicos, una alta velocidad de dilución, útil para proporcionar monodispersibilidad del polvo, debe ser equilibrada con el hecho de que mientras más alta es la velocidad de dilución, más baja será la retención de sabor. Se establece además que el 10% del contenido de sólidos más bajos en la emulsión acuosa inicial debe dar como resultado una disminución notable de la retención de sabor después del secado por atomización. Ahora, se ha descubierto en el caso presente que, como se muestra en los ejemplos a continuación, la retención del sabor del producto de la invención no es afectada por la velocidad de dilución ó el contenido sólido en la emulsión acuosa introducida al secador por atomización. En otras palabras, se pueden emplear velocidades de dilución altas con el fin de obtener una buena monodispersabilidad del polvo sin provocar ninguna deficiencia sobre la retención de sabor, lo cual es un resultado totalmente inesperado.

El aparato de secado por atomización utilizado en el proceso de la invención puede ser cualquiera de los varios aparatos disponibles comercialmente. Ejemplos de aparatos de secado por atomización son los Anhydro Dryers (origen: Anhydro Corp. de Attleboro Falls, Mass), el Niro Dryer (manufacturado por Niro Atomizar Ltd, Copenhagen, Denmark) ó un aparato Leafash (origen: CCM Sulzer). Preferiblemente, se utiliza un secador por atomización con una boquilla a presión.

El proceso será descrito de una manera más detallada en el ejemplo 1. Sin embargo, los parámetros característicos de un proceso de secado por atomización son bien conocidos en la técnica y pueden ser ajustados fácilmente por una persona experimentada en la técnica.

Las partículas de la invención tienen comúnmente un tamaño comprendido entre 50 y 70  $\mu\text{m}$  y una densidad global comprendida entre 0.4 y 0.6  $\text{g/cm}^3$ . Sin embargo, la persona experimentada en la técnica sabe bien que la granulometría y la densidad global de los polvos secos resultantes pueden ser ajustadas al seleccionar la presión de boquilla hasta que se obtenga el polvo que tenga la capacidad de flujo deseada.

Los polvos secados por atomización preparados de acuerdo con un proceso de la invención pueden ser utilizados como tales en aplicaciones, por ejemplo para el perfumado ó saborización de composiciones en donde se induce una liberación mediante esfuerzo cortante ó calor. Sin embargo, también pueden ser usados ventajosamente como materiales de partida para ser sometidos a procesamiento adicional, antes de ser usados como sistemas de administración en una variedad de aplicaciones.

En particular, en una modalidad de la invención, las partículas secadas por atomización obtenidas mediante el método descrito anteriormente en la presente memoria, son además encapsuladas en una matriz vítrea extruída que puede ser formada a partir de uno ó más materiales de carbohidrato ó que puede comprender solamente un plastificante y un agente emulsificante, con el fin de producir una matriz vítrea con una estabilidad térmica mejorada. La patente norteamericana 5,087,461, el contenido de la cual es incorporado en la presente memoria por la referencia, describe y ejemplifica un método de encapsulación de una composición secada por atomización por medio de extrusión. Este proceso conduce a varillas estrechas que tienen un diámetro en el intervalo de 0.3 a 3 milímetros.

Aparte de la extrusión, otras clases de procesamiento por encapsulación, ulterior al secado por atomización, son posibles. El polvo obtenido puede ser por ejemplo sometido a un segundo secado por atomización, proporcionando así un producto secado por atomización de dos etapas. Esta técnica en particular, también como el secado por atomización de múltiples etapas en general son descritos por W. J. Coumans, P. J. A. M. Kerkhof and S. Bruin en *Drying Technology*, Vol. 12 (1 y 2), (1994), la enseñanza del cual es incorporada en la presente memoria por referencia.

Estos ejemplos no son restrictivos de las técnicas de encapsulación que pueden ser usadas para el procesamiento adicional del polvo secado por atomización obtenido de acuerdo con la presente invención, notablemente con el objetivo de incrementar el tamaño de las partículas ó mejorar una característica particular del polvo, con el fin de volverlo apropiado para aplicaciones específicas.

Los productos de la invención, es decir, el polvo secado por atomización como tal, así como las composiciones secadas por atomización sometidas adicionalmente a una segunda clase de encapsulación pueden ser usados ventajosamente por ejemplo, para el perfumado ó saborizado de composiciones de alimentos en particular.

Por consiguiente, los sistemas de administración de la invención pueden ser usados en aplicaciones tales como gomas de mascar ó dulces masticables, alimentos con sabor u horneados en el campo de sabores. Similarmente, el campo de perfumería comprende muchas aplicaciones en donde esta clase de sistemas de encapsulación pueden ser muy útiles. Por ejemplo, todas las clases de desodorantes y antitranspirantes constituyen aplicaciones apropiadas para un sistema de administración de perfume con una liberación controlada del ingrediente de perfume y en donde la integridad del último es deseable hasta el uso por el consumidor por un cierto período de tiempo.

El polvo de la invención puede también ser usado ventajosamente para perfumar bases de polvo tales como bases de detergentes. En efecto, tal como se muestra en un ejemplo comparativo a continuación, el sistema de encapsulación descrito en la presente memoria presenta una estabilidad muy buena hacia la humedad ó humedad relativa y por consiguiente estos productos pueden ser almacenados durante un largo período de tiempo antes de ser usados, sin ser sometidos a una degradación del perfume encapsulado.

## ES 2 290 334 T3

En aquellas aplicaciones, las composiciones de la invención proporcionan una retención de sabor ó fragancia de hasta 85% después del proceso de encapsulación, a un nivel fijo tan alto como de 50% y de una manera inesperada, la retención de sabor es independiente del contenido de sólidos de una emulsión acuosa introducida al secador por atomización. Además, el producto se hidrata muy lentamente en agua y no se disuelve hasta dos semanas.

La invención será ahora descrita de una manera más detallada en los ejemplos a continuación, en donde las temperaturas son indicadas en grados Celsius y las abreviaturas tienen el significado usual en la técnica.

### Modos para llevar a cabo la invención

#### Ejemplo 1

*Preparación de una composición secada por atomización de acuerdo con la invención*

##### *Formulación*

| Ingredientes                 | Gramos | % de Secado |
|------------------------------|--------|-------------|
| Maltodextrina 18 DE          | 1,729  | 24.70       |
| Sacarosa                     | 1,729  | 24.70       |
| Agar agar                    | 700    | 10.00       |
| Aceite de limón <sup>1</sup> | 2,800  | 40.00       |
| Lecitina                     | 42     | 0.60        |
| Agua                         | 13,600 |             |
| Total                        |        | 100.00      |

1) Origen: Firmenich Citrus Center, Florida USA

##### *Preparación*

Un lote fue preparado por hidratación de agar agar en agua (aproximadamente 10% de sólidos) y mezclado subsecuentemente del mismo con el resto de los ingredientes en un horno de acero inoxidable equipado con agitación neumática. La temperatura del lote fue mantenida a 65-70°. Cuando el contenido del hervidor era uniforme, fue homogeneizado a 7,000 KPa.

El alimento preparado fue secado con un aparato Leflash caracterizado por las respectivas temperaturas de entrada/salida de 180/80°; una presión de alimentación de  $17 \times 10^3$  Pa y una boquilla 70/216 (sistema de atomización) (diámetro de orificio atomización/boquilla giratoria).

Se recolectaron y analizaron muestras en cuanto al contenido de aceite mediante destilación por vapor. La retención del sabor de las partículas después del proceso de 85% (contenido de sólidos de la emulsión acuosa introducida en el secador por atomización de 33.98%).

Las características de hidratación y liberación de gotas de aceite fueron investigadas mediante microscopia. Así, después de 2 semanas en agua, no se observó ningún aceite saliendo del polvo. Las partículas estaban intactas.

#### Ejemplo 2

*Preparación de una composición secada por atomización de acuerdo con la invención*

##### *Formulación*

| Ingredientes                 | Gramos | % de Secado |
|------------------------------|--------|-------------|
| Maltodextrina 18DE           | 1,379  | 19.70       |
| Sacarosa                     | 1,379  | 19.70       |
| Agar agar                    | 700    | 10.00       |
| Aceite de limón <sup>1</sup> | 3,500  | 50.00       |
| Lecitina                     | 42     | 0.60        |
| Agua                         | 15,200 |             |
| Total                        |        | 100.00      |

1) Véase Ejemplo 1

## ES 2 290 334 T3

### *Preparación*

El polvo secado por atomización fue preparado de acuerdo como se describe en el ejemplo 1.

5 El producto final (después del proceso) tenía una retención de sabor de 87.80% (contenido de sólidos de la emulsión acuosa introducida al secador por atomización de 31.53%).

No se difundieron gotas de aceite de las partículas después de 2 semanas en agua.

10

### Ejemplo 3

*Preparación de una composición secada por atomización de acuerdo con la invención*

### 15 *Formulación*

|    | <u>Ingredientes</u>          | <u>Gramos</u> | <u>% de Secado</u> |
|----|------------------------------|---------------|--------------------|
| 20 | Maltodextrina 18DE           | 1,554         | 22.20              |
|    | Sacarosa                     | 1,554         | 22.20              |
|    | Agar agar                    | 1,050         | 15.00              |
|    | Aceite de limón <sup>1</sup> | 2,800         | 40.00              |
| 25 | Lecitina                     | 42            | 0.60               |
|    | Agua                         | 23,200        |                    |
|    | Total                        |               | 100.00             |

1) Véase Ejemplo 1

30

### *Preparación*

El polvo secado por atomización fue preparado como se describe en el ejemplo 1.

35 El producto final (después del proceso) tenía una retención de sabor de 85.30% (contenido de sólidos de la emulsión introducida al secador por atomización de 23.18%).

No se difundieron gotas de aceite de las partículas después de 2 semanas en agua.

40

### Ejemplo 4

*Preparación de una composición secada por atomización de acuerdo con la invención*

### 45 *Formulación*

|    | <u>Ingredientes</u>          | <u>Gramos</u> | <u>% de Secado</u> |
|----|------------------------------|---------------|--------------------|
| 50 | Maltodextrina 18DE           | 798           | 11.40              |
|    | Sacarosa                     | 1,554         | 22.20              |
|    | Agar agar                    | 1,050         | 15.00              |
|    | Goma arábica                 | 798           | 11.40              |
|    | Aceite de limón <sup>1</sup> | 2,800         | 40.00              |
| 55 | Agua                         | 18,200        |                    |
|    | Total                        |               | 100.00             |

1) Véase Ejemplo

60

### *Preparación*

El polvo secado por atomización fue preparado como se describe en el ejemplo 1.

65 El producto final (después del proceso) tenía una retención de sabor de 87.00% (contenido de sólidos de la emulsión introducida al secador por atomización de 27.78%).

No se difundieron gotas de aceite de las partículas después de 2 semanas en agua.

## ES 2 290 334 T3

### Ejemplo 5

*Preparación de una composición secada por atomización de acuerdo con la invención*

#### 5      *Formulación*

|    | Ingredientes                           | Gramos | % de Secado |
|----|----------------------------------------|--------|-------------|
| 10 | Maltodextrina 18DE                     | 2,079  | 29.70       |
|    | Sacarosa                               | 2,079  | 29.70       |
|    | Agar agar                              | 700    | 10.00       |
| 15 | Fragancia <sup>1</sup>                 | 2,100  | 30.00       |
|    | Lecitina                               | 42     | 0.60        |
|    | Agua                                   | 13,600 |             |
| 20 | 1) Origen: Firmenich SA, Ginebra Suiza | Total  | 100.00      |

#### *Preparación*

25      El polvo secado por atomización fue preparado como se describe en el ejemplo 1.

El producto final (después del proceso) tenía una retención de sabor del 100% (contenido de sólido de la emulsión introducida al secador por atomización de 33.98%).

30      No se difundieron gotas de aceite de las partículas después de 2 semanas en agua.

### Ejemplo 6

35      *Composición secada por atomización de la invención, extruída adicionalmente en una matriz vítrea*

Una composición secada por atomización fue preparada como se describe en el ejemplo 1 a partir de la siguiente formulación:

|    | Ingredientes       | % de Secado |
|----|--------------------|-------------|
| 40 | Maltodextrina 18DE | 84          |
|    | Agar agar          | 5           |
| 45 | Aceite de naranja  | 1           |
|    | Citrem             | 5           |
|    | Neobee             | 5           |
| 50 | Total              | 100         |

El polvo obtenido fue extruido bajo una presión de  $2 \times 10^5$  Pa a través de una placa de boquilla con agujeros de 0.8 milímetros de diámetro en una temperatura de 95°.

## ES 2 290 334 T3

### Ejemplo 7

*Ejemplo comparativo con respecto a la estabilidad de una composición secada por atomización de acuerdo con la invención, en una base de detergente*

Dos composiciones secadas por atomización que tienen las siguientes formulaciones fueron preparadas de acuerdo con el método descrito en el ejemplo 1:

#### *Formulación A*

| Ingredientes                        | Gramos | % de Secado |
|-------------------------------------|--------|-------------|
| Maltodextrina 18DE                  | 2,865  | 38.20       |
| Sacarosa                            | 2,865  | 38.20       |
| Composición de perfume <sup>1</sup> | 1,500  | 20.00       |
| Agar agar                           | 225    | 3.00        |
| Lecitina                            | 45     | 0.60        |
| Agua                                | 9,600  |             |
| Total                               |        | 100.00      |

- 1) composición que consiste en una mezcla de acetato de bencilo, acetato de feniletilo, aldehído ciclamen, Lilial® (origen: Givaudan-Roure, Vernier, Switzerland) y salicilato de hexilo; cada ingrediente está presente en el mismo porcentaje en peso en la composición.

#### *Formulación B*

| Ingredientes                        | Gramos  | % de Secado |
|-------------------------------------|---------|-------------|
| Maltodextrina 18DE                  | 2,977.5 | 39.70       |
| Sacarosa                            | 2,977.5 | 39.70       |
| Composición de perfume <sup>1</sup> | 1,500.0 | 20.00       |
| Lecitina                            | 45.0    | 0.60        |
| Agua                                | 9,600.0 |             |
| Total                               |         | 100.00      |

- 1) Véase *Formulación A*

Cada polvo fue mezclado independientemente con un polvo de detergente europeo estándar con sistema blanqueador de percarbonato-TAED. Después de cuatro semanas de almacenamiento a 37° y 70% de humedad relativa, las dos composiciones fueron respectivamente separadas del detergente, disueltas en agua y diluidas con el acetonitrilo y 2-heptanona. 1 g de la solución así obtenido fue secado sobre 5 g DE  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  y la fase líquida residual fue analizada mediante un método analítico GC-MS estándar para determinar la cantidad residual de los varios ingredientes de perfume. Los resultados fueron comparados con aquellos obtenidos con un detergente de referencia, almacenado durante cuatro semanas a 3°, en el cuál la composición de perfume fue rociada directamente.

Los resultados aparecen resumidos en la tabla 1.

## ES 2 290 334 T3

TABLA 1

*Porcentaje de ingredientes de perfume recuperados después de almacenamiento durante cuatro semanas a 37° y 70% de humedad relativa*

| Ingrediente de perfume | Polvo de detergente atomizado | Formulación B (sin agar agar) | Formulación A (3% de agar agar) |
|------------------------|-------------------------------|-------------------------------|---------------------------------|
| Acetato de bencilo     | 3                             | 6                             | 6                               |
| Acetato de fenil etilo | 10                            | 18                            | 23                              |
| Aldehído ciclamen      | 31                            | 45                            | 67                              |
| Lilial®                | 0.0                           | 2                             | 10                              |
| Salicilato de Hexilo   | 25                            | 48                            | 100                             |

Los resultados detallados en la tabla 1 demuestran la superioridad de la composición secada por atomización que comprende agar agar que, después de un período de almacenamiento de un mes, contiene la proporción más alta de ingredientes de perfume que no han sido descompuestos.

# REIVINDICACIONES

1. Una composición secada por atomización, **caracterizada** porque comprende uno ó más ingredientes activos dispersados en un soporte o portador, en donde el portador comprende por lo menos un material de carbohidrato formador de paredes y de 1 a 30% en peso de agar agar, en relación con el peso seco de la composición.
2. La composición secada por atomización de conformidad con la reivindicación 1, **caracterizada** porque el portador comprende de 1 a 20% en peso de agar agar, en relación con el peso seco de la composición.
3. La composición secada por atomización de conformidad con la reivindicación 1, **caracterizada** porque el portador comprende de 1 a 15% en peso de agar agar, en relación con el peso seco de la composición.
4. La composición secada por atomización de conformidad con la reivindicación 1, **caracterizada** porque el material de carbohidrato formador de paredes es seleccionado del grupo que consiste en maltodextrina, jarabe de maíz, almidón químicamente modificado, almidón hidrogenado hidrolizado y almidón succinilado ó hidrolizado.
5. La composición secada por atomización de conformidad con la reivindicación 4, **caracterizada** porque el material formador de pared consiste en maltodextrina.
6. La composición secada por atomización de conformidad con la reivindicación 1, **caracterizada** porque comprende de 0.01 a un 50% de un plastificante seleccionado del grupo que consta de un mono y un disacárido.
7. La composición secada por atomización de conformidad con la reivindicación 5, **caracterizada** porque comprende de 0.01 a 50% de un plastificante seleccionado del grupo que consta de un mono y un disacárido.
8. La composición secada por atomización de conformidad con la reivindicación 1, **caracterizada** porque comprende de 1 a 30% en peso de un emulsificante, en relación con el peso seco de la composición.
9. La composición secada por atomización de conformidad con la reivindicación 1, **caracterizada** porque el ingrediente activo es un ingrediente de perfume.
10. La composición secada por atomización de conformidad con la reivindicación 1, **caracterizada** porque el ingrediente activo es un ingrediente que proporciona sabor.
11. La composición secada por atomización de conformidad con la reivindicación 1, **caracterizada** porque comprende de 1 a 60% del ingrediente activo en relación con el peso seco de la composición.
12. La composición secada por atomización de conformidad con la reivindicación 11, **caracterizada** porque comprende de 20 a 50% del ingrediente activo en relación con el peso seco de la composición.
13. Un método para la preparación de un producto en partículas, **caracterizado** porque comprende las etapas de:
  - (a) formar una emulsión acuosa de un ingrediente activo dispersado en un portador que comprende por lo menos un material de carbohidrato formador de paredes y de 1 a 30% de agar agar;
  - (b) homogeneizar la emulsión;
  - (c) secar por atomización la emulsión para formar un producto en partículas.
14. El método de conformidad con la reivindicación 13, **caracterizado** porque la etapa (c) se lleva a cabo utilizando un aparato secador por atomización equipado con una boquilla a presión.
15. El método de conformidad con la reivindicación 13, **caracterizado** porque el producto en partículas formado en la etapa (c) es encapsulado adicionalmente.
16. El método de conformidad con la reivindicación 15, **caracterizado** porque la encapsulación consiste en extruir el producto en partículas en una matriz vítrea para formar un sistema de administración granular.
17. Un sistema de administración granular **caracterizado** porque es obtenible mediante el método de conformidad con la reivindicación 16.
18. El método de conformidad con la reivindicación 15, **caracterizado** porque la encapsulación consiste en secar por atomización el producto en partículas con el fin de formar un polvo seco por atomización en múltiples etapas.
19. Un polvo secado por atomización de múltiples etapas **caracterizado** porque es obtenible mediante el método de conformidad con la reivindicación 18.

## ES 2 290 334 T3

20. Un método para proporcionar sabor a un producto de alimentos ó bebida, **caracterizado** porque comprende agregar una composición secada por atomización de conformidad con la reivindicación 10 al producto de alimento ó bebida.

5 21. Un método para proporcionar sabor a un alimento ó producto de bebida, **caracterizado** porque comprende agregar un sistema de administración granular de conformidad con la reivindicación 17, al producto de alimentos ó bebida.

10 22. Un método para mejorar, realzar ó modificar las propiedades de fragancia de una composición, **caracterizado** porque una composición de secado por atomización de conformidad con la reivindicación 9 es agregada a la composición.

15 23. Un producto de alimento ó bebida, **caracterizado** porque comprende una composición de conformidad con la reivindicación 10.

24. Un producto ó artículo perfumado, **caracterizado** porque comprende una composición de conformidad con la reivindicación 9.

20 25. El artículo perfumado de conformidad con la reivindicación 24, **caracterizado** porque está en forma de un detergente en polvo.

25

30

35

40

45

50

55

60

65