



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0716797-0 B1

(22) Data do Depósito: 31/08/2007

(45) Data de Concessão: 04/10/2016



(54) Título: CÁPSULAS

(51) Int.Cl.: B01J 13/14

(30) Prioridade Unionista: 12/09/2006 US 60/844,049

(73) Titular(es): GIVAUDAN SA

(72) Inventor(es): ROBERT GUISSINGER

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**CÁPSU-
LAS**".

A presente invenção refere-se a um método de preparação de microcápsulas e mais particularmente àqueles utilizando hidrocolóides derivados de não-animal como material de parede.

Hidrocolóides, suspensões coloidais de materiais em água, são materiais desejáveis para preparação de microcápsulas, uma vez que eles são prontamente disponíveis e de modo barato de fontes naturais, ambos animais e vegetais. Exemplos típicos são gelatina derivada de vários animais e gomas derivadas de planta, tal como goma gelana. Alguns desses materiais podem ser reticulados, por exemplo, através de exposição a íons de cálcio ou magnésio.

Anteriormente, a formação de cápsulas foi conseguida através de coacervação, onde uma casca é deixada formar em partículas de núcleo dispersas. Este processo tem sido usado por muitos anos, mas ele pode ser complexo e difícil, frequentemente requerendo controle muito preciso de temperatura e pH. Ele também usa materiais derivados de animal (gelatina de porco, bovina ou peixe). Isto pode ser limitante pelo fato de que, no caso de sabor, muitos consumidores não desejam consumir produtos derivados de animal, ou como uma escolha vegetariana consciente ou em um desejo de evitar doenças carregadas por animais, tal como BSE ("doença da vaca louca").

Foi agora constatado que é possível preparar cápsulas de núcleo-casca através de um método simples que evita as complexidades de métodos conhecidos. É então provido um método de fabricação de cápsulas de núcleo-casca contendo um líquido imiscível em água compreendendo as etapas de:

- (a) dispersão no líquido imiscível em água de um agente reticulante que é inativo sob as condições da dispersão;
- (b) emulsificação da dispersão resultante em uma solução aquosa de um hidrocolóide reticulável; e
- (c) ativação do agente reticulável para fazer com que o hidroco-

lóiide reticule na interface de dispersão/solução.

São ainda providas cápsulas contendo líquido preparadas através de um processo conforme acima descrito.

O líquido a ser encapsulado pode ser qualquer líquido imiscível em água desejado, adequado. Ele é tipicamente um óleo com sabor, mas ele pode ser também qualquer líquido que não seja apreciavelmente solúvel em água e cuja encapsulação é desejada, por exemplo, um agente farmacêutico. Exemplos não-limitantes de óleos com sabor incluem amil octanoato, cinamato de benzil, acetato de decila, isovalerato de geranila, limoneno, salicilato de metila, nootkatona, butirato de octila, 2-pentiltiofeno, isotiocianato de feniletil, *delta*-tetradecalactona, 2,2'-tiodimetilenodifurano, tritioacetona e isobutirato de vanilina.

O líquido pode ser usado sozinho ou ele pode incluir um solvente imiscível em água adequado. O uso de tais solventes já é amplamente conhecido e a pessoa versada na técnica não terá nenhuma dificuldade em selecionar um solvente ou mistura de solvente adequado para qualquer dada aplicação. Um solvente particularmente desejado é MCT, triglicerídeos de cadeia média, que são materiais comerciais prontamente disponíveis. Esses são essencialmente triésteres de ácidos graxos com glicerol e são óleos com pouco odor, de baixa viscosidade, que são estáveis à oxidação. Uma mistura de tais líquidos pode ser usada, ou separada em cápsulas individuais ou misturada dentro das cápsulas. Ainda, o líquido pode ser uma solução de material sólido ou gasoso.

O hidrocolóide usado na presente invenção pode ser qualquer hidrocolóide adequado para uso em encapsulação e capaz de ser usado em conjunto com o agente reticulante, que será descrito mais tarde na presente descrição. Hidrocolóides adequados são geralmente derivados de fontes vegetais e eles incluem (mas não estão limitados a) sais de alginato de grau alimentício, pectina, goma curdlana e goma gelana. Os alginatos de potássio, sódio e amônio são todos materiais de grau alimentício, alginato de sódio sendo o mais geralmente encontrado.

O agente reticulante para uso na presente invenção deve ser

um que possa ser dissolvido ou disperso na fase encapsulada, que seja inativo sob as condições de sua dispersão ou solução e que possa ser ativado para reticular o hidrocolóide dissolvido na fase aquosa contínua. Dependendo da natureza do agente reticulante, ativação pode ser através de qualquer meio convencional, tal como mudança de temperatura ou pH, irradiação ou
5 adição de um agente de ativação. Em um exemplo, típico, o agente reticulante pode ser íons de cálcio ou magnésio. Em tal caso, carbonato de cálcio pode ser disperso no líquido a ser encapsulado e o líquido por sua vez emulsificado em uma solução hidrocolóide aquosa, onde o hidrocolóide é reticulável através de exposição a íons de Ca^{++} . Em pH neutro, o carbonato de cálcio é insolúvel em água. No entanto, se o pH da solução aquosa for tornado ácido, o carbonato de cálcio se torna mais solúvel e libera íons de Ca^{++} , que então causam reticulação do hidrocolóide na interface de gotícula/solução aquosa para formar uma casca. O processo da invenção pode ser
10 realizado facilmente em equipamento prontamente disponível.

As cápsulas podem ser feitas como cápsulas já carregadas com o líquido desejado a ser encapsulado. Alternativamente, elas podem ser como cápsulas "vazias" e carregadas com líquido quando desejado através de qualquer um dos métodos conhecidos da técnica. Métodos típicos incluem
20 aqueles descritos na Patente U.S. 6.045.835, cujo conteúdo é aqui incluído a título de referência.

As cápsulas então preparadas podem ser usadas em qualquer uma da ampla faixa de aplicações onde um material encapsulado é desejável. Exemplos não-limitantes incluem gêneros alimentícios de todos os tipos, tal como sorvete, picolé, sopas, caldos e sopas de carne e vegetais, macarrões, massas e arroz, carnes e queijos, pimentas e misturas de pimenta e alimentos fritos; bebidas de todos os tipos, tais como chás fermentados, bebidas carbonadas, bebidas alcoólicas, bebidas energéticas, produtos laticínios e sucos; doces, tal como gomas, chocolates e doces de todos os tipos;
25 produtos assados de todos os tipos, tal como tortas, bolachas e biscoitos; preparações medicinais em forma sólida, líquida ou *spray*, pastas de dente, géis dentais e pós para os dentes; enxaguatórios bucais; preparações cos-

méticas na forma de cremes, loções e *sprays*.

É então também provida uma aplicação compreendendo uma base de aplicação e cápsulas carregadas preparadas conforme acima descrito. Por "base de aplicação" se quer dizer uma composição compreendendo todos os outros ingredientes necessários comuns que, em adição às cápsulas, são necessários para fazer aplicações para uso ou consumo. As aplicações podem conter todos os ingredientes padrão que são requeridos para a aplicação para realizar o propósito desejado, todos sendo usados em quantidades reconhecidas na técnica. Devido aos muitos propósitos aos quais as aplicações de acordo com a invenção podem servir, há muitos desses e a lista que segue é apenas uma pequena amostra, mas a pessoa versada na técnica será prontamente capaz de formulação qualquer aplicação desejada usando apenas o versado comum na técnica. Exemplos típicos incluem pigmentos, matérias corantes e corantes; tensoativos e emulsificantes; solventes e co-solventes; agentes espessantes e modificadores de viscosidade; cargas e extensores; antioxidantes e conservantes; absorvedores de UV; agentes espumantes; agentes desespumantes; e similar.

A invenção é agora descrita com referência aos exemplos não-limitantes que seguem.

20 Exemplo 1

Preparação de cápsulas "vazias"

A um béquer de 1 litro contendo 495 mg de água destilada, 5 g de alginato de sódio (Keltone[®] LV) foram adicionados. Esta mistura foi agitada em velocidade moderada até que o alginato foi completamente dissolvido.

25 A um béquer de 250 ml contendo 43,2 g de MCT, 2,8 g de CaCO₃ em pó fino foram adicionados. Esta mistura foi agitada em velocidade moderada para dispersar uniformemente o CaCO₃. Esta dispersão foi adicionada à solução de alginato, cujo pH era neutro, enquanto agitando em velocidade moderada. Quando o tamanho de gotícula desejado de 100-500 microns foi atingido,

30 ácido cítrico 50% foi adicionado para diminuir o pH para 4,5. Após vários minutos, a batelada se tornou viscosa e 500 g de água destilada foram adicionados para diluir o sistema. A batelada foi deixada agitar em velocidade

moderada por várias horas. Durante este período de tempo, o tamanho das paredes das cápsulas aumentou significativamente. No dia seguinte, as cápsulas foram concentradas e secas usando métodos convencionais.

Exemplo 2

5 Preparação de cápsulas contendo sabor

A um béquer de 2 litros contendo 995 g de água destilada, 5 g de alginato de sódio (Keltone[®] LV) foram adicionados. Esta mistura foi agitada em velocidade alta até que o alginato de sódio foi completamente dissolvido. A um béquer de 250 ml contendo 43,2 g de d-limoneno, 2,8 g de CaCO₃ em pó fino foram adicionados. Esta mistura foi agitada em velocidade moderada para dispersar uniformemente o CaCO₃. Esta dispersão foi adicionada à solução de alginato, cujo pH era neutro, enquanto agitando em velocidade moderada. Quando o tamanho de gotícula desejado de 500-1000 microns foi atingido, solução de ácido cítrico 50% foi adicionada para diminuir o pH para 5. O pH da batelada foi monitorado enquanto agitando em velocidade moderada. Com o tempo, o pH aumentou e mais solução de ácido cítrico 50% foi adicionada para manter o pH em torno de 5. Isto foi continuado até que o pH permaneceu não-modificado. A batelada foi deixada agitar da noite para o dia. Agitação foi então parada e as cápsulas foram lavadas com água fresca e concentradas. A pasta fluida de cápsula concentrada foi então adicionada a um béquer de 1 litro contendo 500 gramas de uma solução de CaCl₂ 2% para finalizar a reticulação e reforço das paredes. As cápsulas foram agitadas nesta solução por várias horas. As cápsulas foram novamente lavadas com água para remover qualquer CaCl₂ residual e armazenadas em água.

Exemplo 3

Carregamento a frio de cápsulas vazias

14,6 g de cápsulas secas do exemplo 1 e 1,4 g de água foram misturados completamente para distribuir uniformemente a água. As paredes da cápsula foram deixadas por 15 minutos. 4 g de acetofenona foram adicionados às cápsulas hidratadas e a mistura misturada completamente e então deixada descansar da noite para o dia.

A liberação de sabor em água foi determinada através da dissolução das cápsulas carregadas a 500 ml de água a 30° C. As cápsulas foram verificadas liberar cerca de 50% do sabor encapsulado em 10 minutos e 75% em 30 minutos.

REIVINDICAÇÕES

1. Método de fabricação de cápsulas de núcleo-casca contendo um líquido imiscível em água compreendendo as etapas de
 - (a) dispersão no líquido imiscível em água de um agente reticulante que é inativo sob as condições da dispersão;
 - (b) emulsificação da dispersão resultante em uma solução aquosa de um hidrocolóide reticulável; e
 - (c) ativação do agente reticulante para fazer com que o hidrocolóide reticule na interface dispersão/solução.
2. Método de acordo com a reivindicação 1, em que o hidrocolóide é derivado de uma fonte vegetal.
3. Método de acordo com a reivindicação 2, em que o hidrocolóide é pelo menos um de um sal de alginato de grau alimentício, pectina, goma curdlana e goma gelana.
4. Método de acordo com a reivindicação 1, em que o líquido imiscível em água a ser encapsulado está presente durante o processo de preparação das cápsulas.
5. Método de acordo com a reivindicação 1, em que as cápsulas são feitas como cápsulas vazias e são carregadas com líquido imiscível em água em uma etapa subsequente.
6. Cápsulas contendo líquido preparáveis através de um processo de acordo com a reivindicação 1.
7. Aplicação compreendendo uma base de aplicação e cápsulas carregadas preparadas de acordo com a reivindicação 1.