(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 313 037**

(51) Int. Cl.:
B01J 13/06 (2006.01)
B01J 13/20 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Número de solicitud europea: **04748644 .4**
(96) Fecha de presentación : **10.06.2004**
(97) Número de publicación de la solicitud: **1633472**
(97) Fecha de publicación de la solicitud: **15.03.2006**

(54) Título: **Materiales encapsulados.**

(30) Prioridad: **13.06.2003 EP 03076842**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.03.2009

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.03.2009

(73) Titular/es: **DSM IP Assets B.V.**
Het Overloon 1
6411 TE Heerlen, NL

(72) Inventor/es: **Van Benthem, Rudolfus, Antonius, Theodorus, Maria**

(74) Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

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).

Venta de fascículos: Oficina Española de Patentes y Marcas. Pº de la Castellana, 75 – 28071 Madrid

DESCRIPCIÓN

Materiales encapsulados.

La invención se refiere a un proceso para la formación de cápsulas. Un proceso de encapsulado generalmente comprende los siguientes pasos:

(a) la formación de una dispersión de un material núcleo en una fase continua que contiene un material formador de pared;

(b) la deposición del material pared sobre la superficie de un material núcleo para formar cápsulas;

(c) el endurecimiento de las cápsulas; y

(d) la recuperación de las cápsulas.

La fase continua en el paso (a) normalmente es una solución del material pared. Si el núcleo es un líquido, es dispersado o emulsionado en dicha solución; sin embargo, si el núcleo es un sólido, usualmente es rectificado al tamaño deseado y entonces es dispersado dentro de la solución. El paso (b) generalmente implica cambiar las condiciones de la solución de tal forma que provoque la separación de la fase del material pared de la fase continua. Normalmente, se provoca que el material pared forme la fase por separado de la fase continua, donde al menos parte del material pared forma una película coherente alrededor de las partículas o gotas de la fase núcleo. Esta fase de pared líquida, amorfa o gelatinosa es endurecida posteriormente (paso (c)), antes de la recuperación de las cápsulas. La recuperación de las cápsulas se efectúa por filtración, centrifugación y similares, opcionalmente seguida por secado en el caso que las cápsulas tengan que ser recuperadas como un polvo seco. Como es conocido por la persona experta, las cápsulas pueden tener una variedad de formas, dependiendo entre otras, de la forma del material núcleo y de la regularidad del material pared. Siempre que este presente un material pared de espesor mínimo para que el material núcleo sea suficientemente encapsulado, usualmente no es necesario que el espesor del material pared sea perfectamente uniforme alrededor de una cápsula. Es posible además que una cápsula sea de hecho un aglomerado de forma regular o irregular de varias cápsulas parciales o completas más pequeñas. En algunos casos, el producto seco es un polvo endurecido y tiene que ser reducido a un polvo de flujo libre por una operación de trituración ligera, por ejemplo, tamizado.

Un material formador de pared bien conocido y a menudo usado es la resina de melamina-formaldehído. Las cápsulas de melamina-formaldehído así formadas son por ejemplo usadas para encápsular agentes aromatizantes y saborizantes y vitaminas.

Un inconveniente importante de la melamina-formaldehído como material formador de pared es que aún se observa una ligera emisión de formaldehído. Durante la producción de la resina y el producto encapsulado, pero además de la propia cápsula, se liberan vapores que pueden ser irritantes e incluso tóxicos. Los residuos de las materias primas originales siempre quedan detrás, también después de la polimerización. En condición de curado, el formaldehído se difunde lentamente del producto. Esta emisión de formaldehído no es deseable, definitivamente no en un área confinada. En tales áreas el formaldehído es inhalado y se pone en contacto con los ojos, la boca y otras partes del cuerpo. El gas de formaldehído provoca irritación de los ojos y del tracto respiratorio y es tóxico. Inclusive, cuando las cápsulas se degradan posteriormente, por ejemplo por hidrólisis, después del uso o durante el de-encapsulado, una parte aun mayor del contenido original del formaldehído del material pared original, potencialmente incluso todo, se libera al ambiente directo de la cápsula. Una desventaja de las cápsulas a base de cápsulas de melamina-formaldehído es por tanto la formación del formaldehído dañino.

Un objetivo de la presente invención es proporcionar un proceso para la formación de cápsulas, las que no liberan formaldehído libre. Este objetivo se logra con un proceso para la formación de cápsulas que comprende los pasos de:

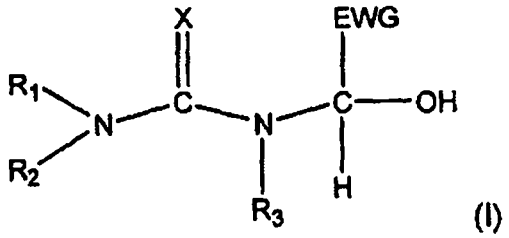
(1) la formación de una solución de un compuesto amino (I) en un solvente;

(2) la formación de una dispersión de un material núcleo en la solución;

(3) la deposición del compuesto amino como una resina sobre la superficie del material núcleo para formar cápsulas; y

(4) opcionalmente el endurecimiento y/o la recuperación de las cápsulas,

donde los pasos (1) y (2) son ejecutados en cualquier orden o simultáneamente, y en donde el compuesto amino (I) tiene la fórmula siguiente



(I)

donde:

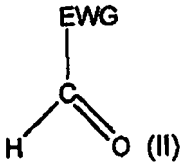
- X es O ó NR_5;
- EWG es un grupo atrayente de electrones;
- R_1, R_2, R_3, R_5 son iguales a un H, alquilo, cicloalquilo, arilo de grupo heterocíclico; y
- R_1, R_2, y R_5 ó R_1, R_2, y R_3 pueden formar unidos un grupo heterocíclico.

Los grupos atrayentes de electrones (EWG) son tales como los conocidos por la persona experta. Ejemplos de EWG son los grupos ácido-, éster-, ciano-, di-alquilacetal-, aldehído-, fenil sustituido-, o trihalometil. El hidrógeno no es un EWG.

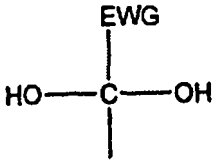
Un compuesto amino aquí se define como un compuesto que tiene al menos un grupo NH o NH_2, adjunto a un átomo atrayente de electrones o a un átomo que está conectado a un átomo o grupo atrayente de electrones. El número de grupos amino por compuesto amino generalmente es como máximo 3. Ejemplos de átomos atrayentes de electrones son el oxígeno, el nitrógeno y el azufre. Compuestos aminos adecuados son por ejemplo la triacina, guanidina, urea, y mezclas de estos compuestos. Los aminoplastos como la melamina-formaldehído, la urea-formaldehído y la melamina-urea-formaldehído pueden ser también empleados como compuestos amino. Preferiblemente, se usa la urea o triacinas como la melamina, melam, melem, ammelina, ammelida y ureidomelamina. En particular se usa la melamina.

Los pasos (1) y (2) pueden llevarse a cabo en secuencia inversa o en paralelo, de tal manera que la solución y la dispersión ambas en el solvente se mezclen. Por consiguiente, la descripción del paso (2) como dado anteriormente debe ser interpretado para encerrar el significado de que una dispersión del material núcleo se forma en el solvente en lugar de en la solución, siendo este el caso si el paso (2) se lleva a cabo antes de o simultáneamente con el paso (1).

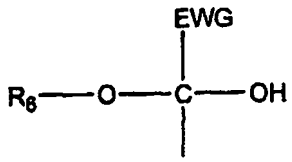
El primer paso en el proceso de la invención es la formación de una solución de un compuesto de acuerdo a la fórmula (I). Un compuesto de acuerdo a la fórmula (I) es preferiblemente preparado por reacción de un compuesto amino con un aldehído de acuerdo a la fórmula (II) o con un derivado de aldehído. Un derivado aldehído aquí significa un hidrato de aldehído de acuerdo a la fórmula (III) o un alcanol hemiacetal de acuerdo a la fórmula (IV):



(II)



(III)



(IV)

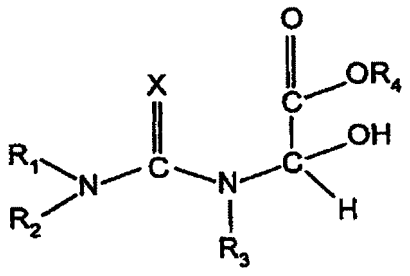
Ejemplos de aldehídos de acuerdo a la fórmula (II) son el ácido glioxílico, dimetoxiacetaldehído, dietoxiacetaldehído, glioxilato de etilo, glioxilato de butilo, y o-ftalaldehído. Ejemplos de hidratos de aldehídos de acuerdo a la fórmula (III) son el hidrato de ácido glioxílico, hidrato de cloral, e hidrato de glioxal. En la fórmula (IV), R_5 representa un grupo alquilo C_1-C_{12}, grupo arilo, grupo aralquilo o un grupo cicloalquilo. Ejemplos de hemiacetales de alcanol de acuerdo a la fórmula (IV) son el metilglioxilato metanol hemitacetal y etilglioxilato etanol hemitacetal.

El proceso para la preparación del compuesto de acuerdo a la fórmula (I) usualmente ocurrirá espontáneamente una vez que el compuesto amino y el compuesto de acuerdo a la fórmula (II), (III) o (IV) han sido puestos en contacto uno con el otro. La temperatura en el presente proceso por consiguiente puede variar dentro de límites amplios, y preferiblemente está entre 10ºC y 90ºC. Más preferiblemente el proceso se lleva a cabo a entre 40ºC y 80ºC. El proceso para la preparación del compuesto amino de acuerdo a la fórmula (I) sigue la regla general de que procede mas rápidamente si se eleva la temperatura. Un mecanismo de control adicional para influir en el ritmo de reacción es el pH, ya que la adición tanto de un ácido como de una base tiene un efecto catalítico. El pH puede ser ajustado a un valor que está preferiblemente entre 2 y 10. Por consiguiente, la persona experta puede fácilmente - ajustando la temperatura y el pH - encontrar las circunstancias bajo las cuales se logra un ritmo de reacción deseado.

La presión en el presente proceso preferiblemente es entre 0.005 MPa y 1.0 MPa, preferiblemente entre 0.02 MPa y 0.1 MPa. El proceso preferiblemente se lleva a cabo en un solvente como es por ejemplo agua o una mezcla de agua y alcanol. El agua es el solvente preferido. Ejemplos de alcanoles son el metanol, etanol, propanol, butanol, pentanol.

Partiendo del hecho de que el número de grupos amino por compuesto amino generalmente es como máximo 3, la relación molar entre el grupo amino y el aldehído o derivado de aldehído es preferiblemente entre 3 y 1. Con más de 3 grupos amino por aldehído o derivado de aldehído, el peso molecular de la resina será limitado, mientras que una relación inferior a 1 es limitante para la reticulación de la resina y deja aldehído o derivado de aldehído libre en el solvente.

En una realización preferida del proceso de acuerdo a la invención, en el paso (1) se forma una solución de un compuesto (V) a partir de una mezcla de compuesto amino/alcanol hemiacetal en un solvente, en donde el compuesto (V) cae dentro del alcance de la fórmula (I) y es un compuesto amino de acuerdo a la siguiente fórmula:



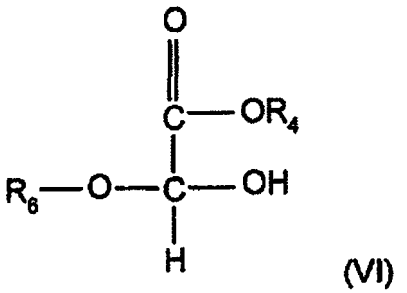
(V)

donde:

- X es igual a O ó NR_5;
- R_4 es igual a un grupo alquilo C_1-C_{12}, grupo arilo, grupo aralquilo o grupo cicloalquilo;
- R_1, R_2, R_3, R_5 son iguales a un H, alquilo, cicloalquilo, arilo de grupo heterocíclico; y
- R_1, R_2, y R_5 o R_1, R_2, y R_3 pueden juntos formar un grupo heterocíclico.

Preferiblemente R_4 es un grupo alquilo C_1-C_{12}. Ejemplos aquí son el metilo, etilo, propilo, butilo, pentilo, hexilo, heptilo etc. R_4 es en particular un grupo metilo o un grupo etilo.

Un compuesto de acuerdo a la fórmula (V) puede ser preparado al reaccionar un compuesto amino y un alcanol hemiacetal de la siguiente fórmula general (VI):



(VI)

donde R_4 y R_6 son un grupo alquilo C_1-C_{12}, grupo arilo, grupo aralquilo o grupo cicloalquilo, proceso en el cual se libera un alcanol.

Preferiblemente R_4 y R_6 son grupos alquilo C_1-C_{12}. Ejemplos aquí son el metilo, etilo, propilo, butilo, pentilo, hexilo, heptilo etc. R_4 y R_6 son en particular un grupo metilo o un grupo etilo.

Ejemplos de hemiacetales de alcanol de la fórmula (VI) son:

Metilglioxilato metanol hemiacetal (GMHA®, DSM Fine Chemicals, Linz); etilglioxilato etanol hemiacetal (GEHA®, DSM Fine Chemicals, Linz); etilglioxilato metanol hemiacetal; butilglioxilato butanol hemiacetal; butilglioxilato metanol hemiacetal; butilglioxilato etanol hemiacetal; isopropilglioxilato isopropanol hemiacetal; propilglioxilato propanol hemiacetal; ciclohexilglioxalato metanol hemiacetal y 2-etilhexilglioxilato metanol hemiacetal. También es posible usar etil o butil glioxilato en lugar de hemiacetal.

El segundo paso en el proceso de la invención es la formación de una dispersión de un material núcleo en la solución. Si el núcleo es un primer líquido, el material a ser encapsulado puede ser este primer líquido. El material núcleo puede además ser un sólido o un segundo líquido el cual se disuelve o se dispersa en dicho primer liquido. Dicho primer líquido preferiblemente es un líquido hidrofóbico de alto punto de ebullición como lo es un aceite. Los aceites adecuados, son en particular los aceites vegetales y animales, ésteres grasos y ceras, terfenilos parcialmente hidrogenados, parafinas cloradas, bifenilos alquilados, alquil naftalenos, derivados de diaril metano, derivados de dibenzil benceno, alcanos, cicloalcanos y ésteres, como los ftalatos, adipatos, trimetilatos y fosfatos, y aceites de silicona.

Para estabilizar la dispersión puede adicionarse un surfactante. Los surfactantes apropiados pueden encontrarse dentro de los surfactantes iónicos y no-iónicos. El surfactante preferiblemente es un surfactante aniónico o no-iónico. No siempre es necesario usar un surfactante tal, ya que muchos de los compuestos de acuerdo a la fórmula (VI) espontáneamente forman pequeñas cantidades de grupos aniónicos a través de la hidrólisis los cuales pueden actuar como un surfactante.

El tercer paso en el proceso de la invención es la deposición del compuesto como una resina sobre la superficie del material núcleo para formar las cápsulas. El paso (3) generalmente implica cambiar las condiciones de tal forma que provoque la separación de la fase del material pared de la fase continua de la solución de pared. Normalmente, el material formador de pared es provocado para la fase separada a partir de la fase continua, al menos parcialmente como una película coherente alrededor de las partículas o gotas de la fase núcleo en un proceso que preferiblemente dura entre varios minutos y horas. La separación de fase puede ser introducida por un incremento o disminución de la temperatura. Una disminución de la temperatura puede provocar la separación de fase debido a una solubilidad disminuida, mientras que un incremento de la temperatura puede provocar que la resina sobrepase su punto de enturbiamiento.

Una forma alternativa de separación de fase es incrementar el peso molecular de la resina. Esto se efectúa mediante polimerización prolongada del compuesto de acuerdo a la fórmula (I) o (V) en el solvente. Esto disminuirá la solubilidad de la resina en el solvente.

Una tercera forma para introducir la separación de fase es incrementar o disminuir la concentración de la resina, usando así el hecho de que las resinas a partir de compuestos de acuerdo a la fórmula (I) o (V) generalmente tienen un rango de solubilidad máxima.

Debido a que el propósito del proceso de acuerdo a la invención es formar cápsulas, un alto por ciento del material núcleo debe ser totalmente encapsulado en el tercer paso; preferiblemente, al menos el 80% en peso o el 85% en peso del material núcleo es totalmente encapsulado en el tercer paso; más preferible al menos el 90% en peso, en particular al menos el 95 e incluso el 99% en peso; más preferiblemente, esencialmente todo el material núcleo es totalmente encapsulado en el tercer paso.

El cuarto paso opcional en el proceso de la invención es el endurecimiento y aislamiento de las cápsulas. En este caso la fase de pared líquida o gelatinosa es preferiblemente endurecida, antes del aislamiento de las cápsulas. El endurecimiento puede hacerse por disminución de la temperatura por debajo de la T_g de la resina, o por polimerización de la resina con el fin de obtener una cápsula elástica no pegajosa. En una realización preferida del proceso de acuerdo a la invención, el endurecimiento es incorporado en el tercer paso. La recuperación de la cápsula puede efectuarse por ejemplo mediante filtración o centrifugación, opcionalmente seguida por secado o secado por atomización en el caso que las cápsulas deban ser recuperadas como un polvo seco. En algunos casos, el producto secado es un polvo endurecido y tiene que ser reducido a un polvo de flujo libre mediante una operación de trituración ligero, por ejemplo, tamizado.

Los productos encapsulados de la presente invención también encuentran aplicaciones debido a sus propiedades únicas en la formulación de composiciones en campos de utilización ampliamente diversificados. En el campo de los cosméticos, productos tales como pastillas de jabón, fragancias en lociones y cremas pueden ser formuladas conteniendo ingredientes encapsulados solubles en agua los cuales serían inestables o incompatibles en forma no encapsulada en presencia de otros ingredientes de la formulación particular. Por ejemplo, debido a que determinados antibacterianos como son los fenoles clorados y el sulfato de neomicina son incompatibles en contacto prolongado con el jabón, la presente invención hace posible la formulación de una pastilla de jabón que contiene ambos de estos ingredientes.

En el campo de la agricultura, los suplementos alimentarios y agentes de control de plagas encapsulados pueden ser ventajosamente formulados. Por ejemplo, los fertilizantes solubles en agua como el nitrato de amonio, urea y superfosfato pueden ser encapsulados para la aplicación al suelo cuando se desea una lenta liberación o una acción extendida, por ejemplo, donde una rápida liberación "quemaría" la vegetación. Para el control de plagas, los insecticidas encapsulados pueden ser depositados en la vegetación o en el suelo sin dañar la vegetación; inclusive, el insecticida no se disuelve o se elimina por lavado por la humedad o la lluvia, permitiendo así que el insecticida permanezca donde fue depositado hasta ser ingerido por el insecto. Los agentes antihelmínticos como el citrato o fosfato de piperazina, y el cloruro de metilrosanilina cuando son encapsulados pueden ser incorporados en el material alimentario para los animales domésticos, siendo así el antihelmíntico encapsulado insípido en el alimento y también protegido de la descomposición durante el almacenamiento del alimento. Los rodenticidas como el cianuro de calcio, el sulfato de talio y el fluoroacetato de sodio, los cuales son inestables en la presencia de humedad o tienen un olor o sabor repelentes para los roedores son ventajosamente encapsulados.

Las vitaminas, minerales, aminoácidos y otros suplementos alimentarios, cuando están encapsulados pueden ser incorporados en el alimento para animales y ser protegidos de la descomposición durante los periodos de almacenamiento por condiciones adversas tales como el aire, la humedad, e ingredientes incompatibles en la propia composición del alimento. De manera similar, los suplementos alimentarios pueden ser incorporados en composiciones para uso humano.

La forma de liberación del material núcleo depende fuertemente de la aplicación. Generalmente está encaminada a que el material núcleo se libere cuando las cápsulas son consumidas. Ejemplos de materiales encapsulados consumidos son las fragancias liberadas durante el planchado o en maquinas lavadoras, y los sabores liberados del alimento mientras son ingeridos.

La liberación del material núcleo puede ser provocada por diferentes mecanismos. Un primer mecanismo es una tensión mecánica. En esta forma se libera la tinta de las cápsulas conteniendo tinta usadas en papel autocopiante. Un ejemplo de la liberación del material núcleo mediante un incremento de la temperatura se encuentra en los aditivos saborizantes aplicados en la sopa. Otra forma de liberar el material núcleo es por hidrólisis controlada por ejemplo iniciada por una disminución o incremento del pH del ambiente acuoso, aplicado en las fragancias encapsuladas para las maquinas lavadoras (platos) o la liberación enzimática en medicinas que contienen cápsulas. Con el fin de controlar la velocidad de liberación, el espesor de la pared de encapsulado puede ser adaptado a los requerimientos de la aplicación específica. Una forma simple de controlar el espesor de la pared es por selección de la concentración de la mezcla en el solvente tomando en consideración el tamaño de la partícula en relación al espesor de la pared. La relación de peso de la mezcla y el solvente generalmente es entre 0.05 y 0.8, donde los rangos precisos dependen fuertemente de la solubilidad del compuesto especifico de acuerdo a la fórmula (I) o (V) usada. Los compuestos de acuerdo a la fórmula (I) o (V) típicamente tienen una solubilidad máxima dentro del rango antes mencionado. El rango preciso para un compuesto en particular puede ser fácilmente establecido por una persona experta en el arte.

La presente invención también encuentra aplicación en tratamientos médicos tanto de animales como de humanos. Los medicamentos pueden ser encapsulados por el método de la presente invención para dar una liberación sostenida durante la ingestión con acción terapéutica sostenida resultante. Los recubrimientos que no se disuelven en el estómago pueden ser formulados para solucionar el problema de la irritación gástrica o naúseas provocadas por tales medicamentos como el clorhidrato de emetina, clorhidrato de quinacrina y ácido para-aminosalicílico. Similarmente, medicamentos tales como la penicilina y ciertos extractos glandulares que son inactivados por la condición ácida o enzimas encontradas en el estómago son ventajosamente encapsulados.

La invención además se refiere a un material encapsulado que comprende un material núcleo y un material pared, en donde el material pared comprende una resina preparada a partir de un compuesto de acuerdo a la fórmula (I) de la reivindicación 1. En una realización preferida, el compuesto de acuerdo a la fórmula (I) es un compuesto amino de acuerdo a la fórmula (V) en donde el grupo aminotriacina heterocíclico está formado por R_1, R_2 y R_5, y en donde R_3 es

H y R_4 es metilo o etilo. En un material encapsulado más preferido de acuerdo a la invención, el anillo de aminotriacina se deriva de la melamina.

Una ventaja adicional del material encapsulado de acuerdo a la invención es, que la hidrólisis del material pared tiene lugar por encima de 85ºC.

La invención es explicada además en los siguientes ejemplos no limitantes.

Ejemplo I

En un recipiente de reacción se adicionaron 62.9 gramos de melamina, 89.2 gramos de glioxilato de metilo y 64.8 gramos de agua. Esta mezcla estuvo bajo constante agitación, calentada en un baño de aceite de 80ºC hasta que la melamina reaccionó completamente con el glioxilato y la resina es clara. Entonces se mezclaron cuidadosamente 50 gramos de aceite de parafina a 80ºC, dentro del cual se hallaban 5 mg de un tinte no soluble en agua (solvente Blue 59), bajo fuerte agitación con un Ultra Turrax T25 a 24,000 rpm. Para estabilizar la dispersión del aceite y la resina se adicionó un surfactante (Disperbyk-181). La dispersión aceite/resina tibia fue cuidadosamente, bajo agitación, adicionada al agua fría; de este modo, se logró el endurecimiento de las cápsulas por enfriamiento. La dispersión aceite/resina se precipita en el agua. El precipitado fue filtrado con un papel de filtro, dejando un líquido incoloro como filtrado; el polvo azul claro fue secado en horno al vacío a 50ºC. El polvo fue lavado con heptano para determinar la cantidad de aceite de parafina "libre". La pérdida de peso medida fue de 3.6%. El polvo lavado, aun de color azul claro, fue entonces analizado con Calorimetría de Barrido Diferencial y mostró una transición a cristal a 70ºC, demostrando que el polvo contenía aceite de parafina. Triturando el polvo en un mortero se produjo una pasta embadurnada de color azul mas intenso.

Ejemplo II

Se disolvieron 10 mg de Tinte (Solvent Blue 59) en 100 g de aceite de parafina. Se hizo una emulsión de este aceite teñido en agua con la ayuda de 5 g de Disponyl® FES 77 (lauril éter sulfato de sodio, un dispersante aniónico, suministrador Cognis) en un equipo de mezcla Ultraturrax que opera a 800 min-1. Separadamente, una mezcla de 10.2 g de melamina, 18 g GMHA y 12 g de agua fue calentada hasta 80ºC para dar una solución de resina clara después de 5 minutos de agitación. La emulsión de aceite teñido fue entonces adicionada a la solución de resina con agitación continua, y la temperatura mantenida a 60ºC durante 4 horas. De este modo, se logro el endurecimiento de las cápsulas por reacción extendida del material pared. La dispersión fue enfriada a temperatura ambiente y filtrada, dejando un filtrado incoloro. La masa filtrada fue secada al aire, y suavemente molturada hasta un polvo sólido azul claro. El polvo fue lavado con heptano para determinar la cantidad de aceite de parafina "libre". La pérdida de peso medida fue de un 3%. El polvo lavado, todavía de color azul claro, fue entonces analizado con Calorimetría por Barrido Diferencial y mostró una transición a cristal a los 70ºC, demostrando que el polvo contenía aceite de parafina. Triturando el polvo en un mortero se produjo una pasta embadurnada de color azul mas intenso.

Ejemplo III

Se disolvieron 10 mg de Tinte (Solvent Blue 59) en 100 g de aceite de parafina. Se hizo una emulsión de este aceite teñido en agua con la ayuda de 5 g de p-DADMAC (poli dimetilalil cloruro de amonio, un dispersante catiónico, Mw 50.000) en un equipo de mezcla Ultraturrax que opera a 800 min-1. Separadamente, una mezcla de 10,2 g de melamina, 18 g de GMHA y 12 g de agua fue calentada hasta 80ºC para dar una solución de resina clara después de 5 minutos de agitación. La emulsión de aceite teñido fue entonces adicionada a la solución de resina con agitación continua, y la temperatura mantenida a 60ºC durante 4 horas. De este modo, se logró el endurecimiento de las cápsulas por reacción extendida del material pared. La dispersión fue enfriada a temperatura ambiente y filtrada (dejando un filtrado incoloro) y el agua evaporada. La masa filtrada fue secada al aire, y suavemente molturada hasta un polvo sólido de color azul claro. El polvo fue lavado con heptano para determinar la cantidad de aceite de parafina "libre". La pérdida de peso medida fue de un 3%. El polvo lavado, aun de color azul claro, fue entonces analizado con Calorimetría de Barrido Diferencial y mostró una transición a cristal a 70ºC, demostrando que el polvo contenía aceite de parafina. Triturando el polvo en un mortero se produjo una pasta embadurnada de color azul mas intenso.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para la formación de cápsulas que comprende los pasos de:

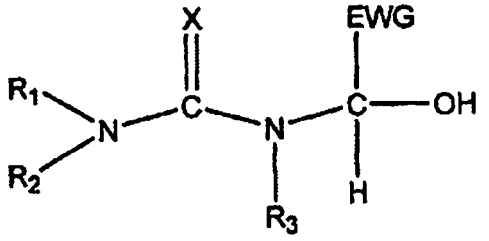
(1) la formación de una solución de un compuesto amina (I) en un solvente;

(2) la formación de una dispersión de un material núcleo en la solución;

(3) la deposición del compuesto amina como una resina sobre la superficie del material núcleo para formar las cápsulas; y

(4) opcionalmente el endurecimiento y/o la recuperación de las cápsulas,

donde los pasos (1) y (2) son ejecutados en cualquier orden o simultáneamente, y en donde el compuesto amina (I) tiene la siguiente fórmula



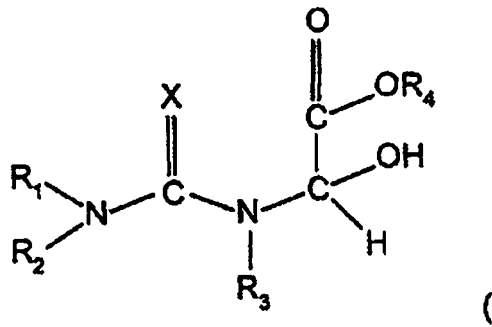
(I)

donde:

- X es O ó NR_5;
- EWG es un grupo atrayente de electrones;
- R_1, R_2, R_3, R_5 son iguales a un H, alquilo, cicloalquilo, arilo de grupo heterocíclico; y
- R_1, R_2, y R_5 o R_1, R_2, y R_3 pueden juntis formar un grupo heterocíclico.

2. Proceso de acuerdo a la reivindicación 1, en donde el EWG es un grupo ácido-, éster-, ciano-, di-alquilacetal-, aldehído-, fenil sustituido-, o trihalometil.

3. Proceso de acuerdo a la reivindicación 1, en donde en el paso (1) se forma una solución de un compuesto (V) a partir de una mezcla de compuesto amino/alcanol hemiacetal en un solvente, en donde el compuesto (V) es un compuesto amina de acuerdo a la siguiente fórmula:



(V)

donde:

- X es igual a O ó NR_5;
- R_4 es igual a un grupo alquilo C_1-C_{12}, grupo arilo, grupo aralquilo o grupo cicloalquilo;
- R_1, R_2, R_3, R_5 son iguales a un H, alquilo, cicloalquilo, arilo de grupo heterocíclico; y
- R_1, R_2, y R_5 ó R_1, R_2, y R_3 pueden juntos formar un grupo heterocíclico.

4. Proceso de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en donde el solvente es agua.

5. Proceso de acuerdo a la reivindicación 3, en donde la relación molar grupo amino/hemiacetal está entre 3 y 1.

6. Material encapsulado que comprende un material núcleo y un material pared, **caracterizado** porque el material pared comprende una resina preparada a partir de un compuesto de acuerdo a la fórmula (I) de la reivindicación 1.

7. Material encapsulado de acuerdo a la reivindicación 6, en donde el compuesto de acuerdo a la fórmula (I) es un compuesto amino de acuerdo a la fórmula (V) en donde un grupo de aminotriacina heterocíclico está formado por R_1, R_2 y R_5, y en donde R_3 es H y R_4 es metilo o etilo.

8. Material encapsulado de acuerdo a la reivindicación 7, en donde el anillo de aminotriacina se deriva de la melamina.

9. Material encapsulado de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 6-8, en donde el material núcleo comprende un agente aromatizante, un agente saborizante o un colorante.

10. Material encapsulado de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 6-8, en donde el material núcleo comprende un suplemento alimentario.

11. Material encapsulado de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 6-8, en donde el material núcleo comprende un fertilizante, un herbicida o un pesticida.

12. Material encapsulado de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 6-8, en donde el material núcleo comprende un medicamento.

13. Material encapsulado de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 6-8, en donde el material núcleo comprende un agente blanqueador o un agente de tratamiento textil.